

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم و البحث العلمي

Ministère de L'Enseignement et de la Recherche Scientifique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

EXTRACTION ET ANALYSE .

Chromatographique de l'Huile Essentielle
d'Eucalyptus Globulus

Proposé Par :

Mrs A. TYCZKOWSKI
R. GZYWNA

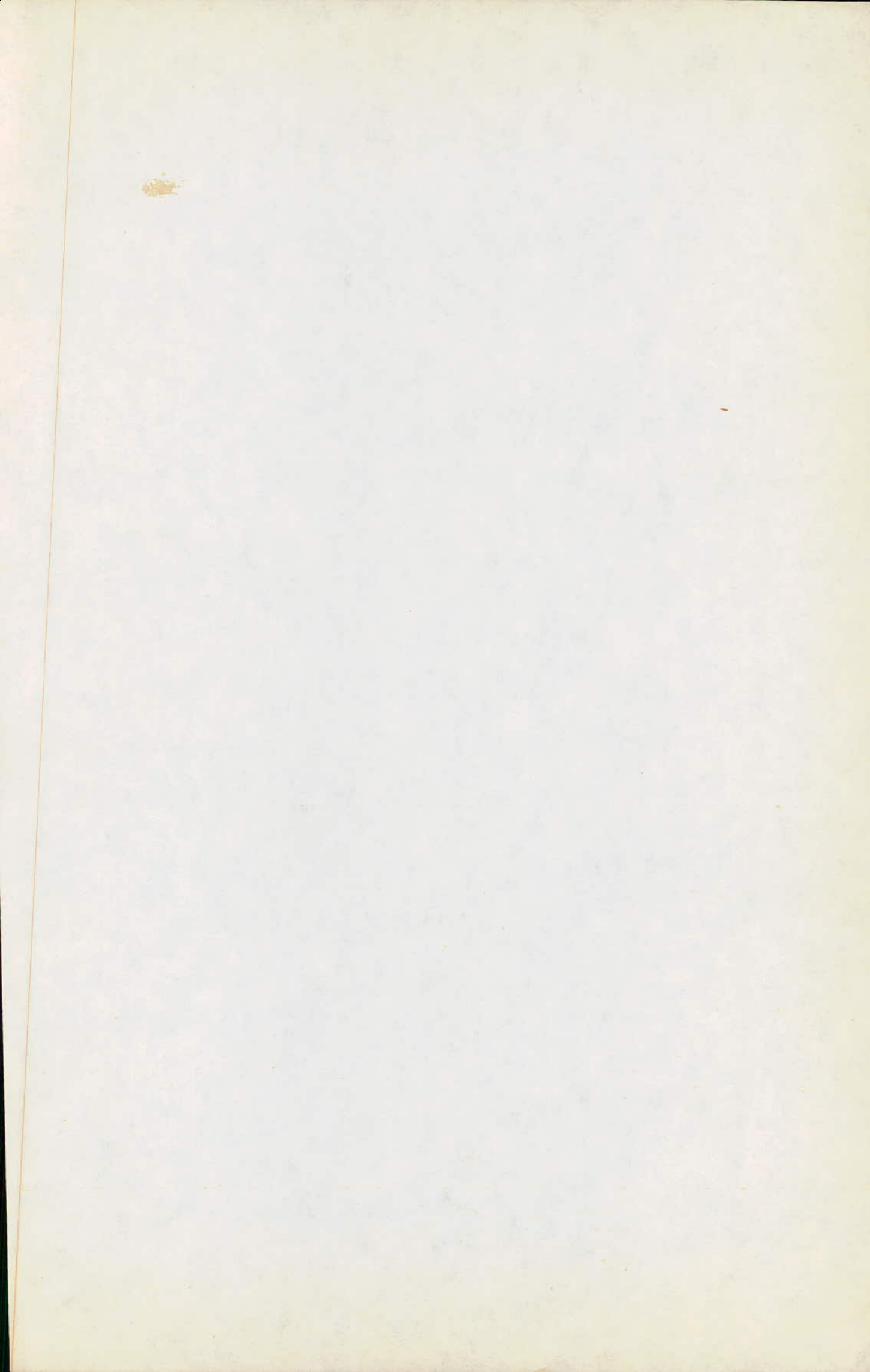
Etudié Par :

Melles KHELFA NE F.
YOUSFI A.

Dirigé Par :

A. TYCZKOWSKI
R. GZYWNA

PROMOTION ; Janvier 1987



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم و البحث العلمي

Ministère de L'Enseignement et de la Recherche Scientifique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

EXTRACTION ET ANALYSE .

Chromatographique de l'Huile Essentielle
d'Eucalyptus Globulus

Proposé Par :

Mrs A. TYCZKOWSKI
R. GZYWNA

Etudié Par :

Melles KHELFANE F.
YOUSFI A.

Dirigé Par :

A. TYCZKOWSKI
R. GZYWNA

PROMOTION ; Janvier 1987

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT: CHIMIE CHIMIQUE

PROMOTEURS : M. A. TYCZKOWSKI

R. GZYMA

ELEVES INGÉNIEURS: F. KIELPANE

A. YOUSFI

وزارة التعليم العالي
الدراسة الوطنية المتعددة التقنيات
دائرة الهندسة الكيميائية
موجة : ٢. تكوفسكى
ر. جفنة

المعهد الوطني المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE - ف. خلف اللخميبة
Ecole Nationale Polytechnique

تلميذ مهندس : ع. يوسف
ف. خلف اللخميبة

الموضوع: دراسة استخراج وتحليل كروماتوغرافى الزيت الأمامية
المحتواة فى الكاليتوس الكروى .
الملخص: عملنا هذا يهدف إلى استخراج الزيت الأساسى
للكاليتوس الكروى عن طريق التقطير بخار الماء وتطبيق
تحليل كروماتوغرافى فى وسط غازى. الجزء الأول
يختص فى استخراج الزيت فى عدة أجزاء النبات. ودراسة
تأثير المنطقة المتوفرة بها، والحالة الابتدائية للنبات
على المردود بالزيت وسرعة الظاهرة. أما الجزء الثانى
يختص فى تحديد مركبات الزيت الأساسى .

Sujet : EXTRACTION ET ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE DE L'HUILE
ESSENTIELLE D'EUCALYPTUS GLOBULUS .

Resumé : Le présent travail a porté sur l'extraction des huiles
essentielles d'Eucalyptus globulus par distillation à la vapeur
d'eau et l'application de l'analyse chromatographique en phase
gazeuse . La première partie a porté sur l'extraction de l'huile
des différentes parties de la plante , et à l'étude de l'influence
du séchage et de l'état initial des feuilles sur le rendement
en huile , et de la cinétique du phénomène . La deuxième partie
a consisté en la détermination de la composition de l'huile
essentielle .

Subject : EXTRACTION AND CHROMATHOGRAPHY ANALYSE OF ESSENTIAL
OIL . OF EUCALYPTUS GLOBULUS

Abstract : The object of this work is the extraction of the
essential oil , by steam distillation, of the plant Eucalyptus
globulus and to analyse it by gas chromatography .the first part
consists to extract essential oil from differents parts of the
plant , and to study the influence of drying and the initial state
on the yield of oil , and the kinetics of the phenomèna .
The second part , consists in finding out the oil composition .

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

°°° DEDICACES °°°

A mon père qui s'est tant sacrifié
A ma chère mère
A ma grand-mère
A mes frères et soeurs
A mon beau-frère
Et à tous ceux qui me sont chers
je dédie ce travail

Samia

°°° ~~~~~ °°°

A mes parents,
A mes frères et soeurs
A mon oncle et sa petite famille
Et à tous ceux qui me sont chers
je dédie ce modeste travail

Fadila

~~~~~  
~~~~~  
~~~~~  
~~~~~  
~~~~~  
~~~~~  
~~~~~  
~~~~~

°° MEMBRES DU JURY °°

Président :

M^r R BELABBES Chargé de cours à l'ENP

Examineurs :

MM A TYCZKOWSKI Maître de conférence à l'ENP

R GZYWNA Maître de conférence à l'ENP

M^{mes} R DERRICHE Chargée de cours à l'ENP

S BOUCHTAOUI Maître assistante à l'ENP

Invités

M BOUATTOU Chef de projet à l'EDIC

BOUSSNADJI Chef de département des analyses fines
au services des fraudes



°°° REMERCIEMENTS °°°

الدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

Le travail qui fait l'objet de ce projet de fin d'études a été réalisé au laboratoire de GENIE CHIMIQUE sous la direction de M^{rs} R. GZYWNA et A. TYCZKOWSKI maitres de conférences à l'ENP. Qu'il nous soit permises de les remercier très sincèrement et leur exprimer notre reconnaissance pour l'aide précieuse, les conseils et les encouragements, Qu'ils nous ont sans cesse prodigué tout le long de notre travail.

Nous exprimons nos sincères remerciements à M^r R. BELABBES professeur à l'ENP pour l'aide et les précieux conseils dont il nous a fait bénéficier et d'avoir bien voulu accepter de présider notre jury .

Nous tenons aussi à remercier M^{me} R. DERRICHE chargée de cours à l'ENP et M^{me} S. BOUCHTAOUI maitre assistante à l'ENP Qu'elles trouvent ici l'expression de notre très profonde gratitude pour avoir accepté de faire parti de notre jury.

Nous sommes très heureuses d'exprimer notre profonde gratitude à M^r BOUSSNADJI chef de département des analyses fines aux services des fraudes pour l'honneur qu'il nous fait en acceptant d'assister à notre soutenance et pour l'interet et la sollicitude qu'il a manifesté pour notre travail ainsi que l'aide qu'il nous a prodigué avec l'ensemble de son personnel.

Nos remerciements vont également à M^r BOUATTOU chef de projet de l'EDIC d'avoir accepté d'honorer par sa présence notre soutenance et pour les conseils et les encouragements qu'il nous a ménagé .

Nous remercions aussi M^r MILOUDI directeur de la SNIC et que l'ensemble de son personnel trouve ici l'expression de notre profonde reconnaissance d'avoir tout mis en oeuvre pour la réalisation de ce projet de fin d'études .

PARTIE
THEORIQUE

Parthenon



Le P. P.

CHAPITRE I-MATIERES PREMIERES ET HUILES ESSENTIELLES

I.1. - HUILES ESSENTIELLES

Les matières premières d'origine végétale constituent, pour la parfumerie la source de produits la plus abondante et la plus variée et en même temps celle dont on peut difficilement se passer, car un parfum préparé uniquement à partir de produits artificiels, il manquera toujours la finesse et la force que seules les essences naturelles peuvent donner./1/.

Ces essences naturelles, appelées encore huiles essentielles, sont des produits liquides, ou semi fluide à température ambiante, huileux presque toujours volatils, sans décomposition, leur odeur varie d'une huile à l'autre vu l'état de cette dernière. Une huile fraîchement extraite a une odeur moins forte que celle qui a subi une oxydation.

Donc cette dernière est le phénomène qui influe sur la formation de l'intensité du parfum.

Les huiles essentielles fraîches sont jaunâtres, des fois incolore leur densité varie entre 0,8 et 1,2 suivant l'âge et les conditions de travail.

Les huiles fraîches sont plus légères que les huiles vieilles. Leur point d'ébullition est très variables de 150°C à 250°C, sont moins solubles dans l'eau que dans l'éther éthylique - l'acétone, chloroforme, l'éther de pétrol etc.../2/

I.1.1. - FORMATION DES HUILES ESSENTIELLES DANS LES PLANTES

Les huiles essentielles ne sont pas de combinaisons chimiques définies, mais au contraire des mélanges souvent très complexes de produits organiques appartenant aux classes les plus diverses.

Le plus souvent, les huiles essentielles existent toutes formées dans les plantes et sont localisées soit dans les glandes sécrétrices, soit dans les canaux intercellulaires, cependant certaines d'entre elles n'existent pas dans la plante elle-même alors que d'autres existent dans toutes les parties de la plante. /3/

Les éléments responsables de la formation des huiles sont :

- La lumière solaire, l'oxygène de l'air.

I.1.2. - PRINCIPAUX CONSTITUANTS DES HUILES ESSENTIELLES

La composition de l'essence d'une même plante est très variable selon qu'elle est extraite de l'un ou de l'autre organe de cette plante, même les essences provenant d'une même partie de la plante accusent entre elles de différences notables dues à l'état de maturité, aux conditions climatiques ou encore de la nature du sol.

.../...

Les huiles essentielles renferment en général du carbone de , de l'hydrogène , de l'oxygène et parfois de l'azote .

L'ensemble de ces éléments a formé de point de vue chimique , un groupe homogène qu'on nomme groupe de composés terpéniques renfermant des sous groupes (1) tel que : (Alcools- Aldéhydes- Acides- Cétones- Hydrocarbures- Sesquiterpènes etc...)

a - Hydrocarbures

sont les suivants :

Parmi les hydrocarbures terpéniques de formule ($C_{5H_8}^n$, il existe suivant la valeur que peut prendre n les hydrocarbures suivants :

n = 1	Hémiterpéniques
n = 2	Terpènes
n = 3	Sesquiterpènes
n = 4	Polyterpènes

b - Aldéhydes

Les aldehydes de la série terpénique sont :

- Homologues inférieurs $C_9H_{12}^O$ des aldehydes $C_{10}H_{14}^O$
- Aldehydes homoterpéniques $C_{11}H_{16}^O$
- Aldehydes sesquiterpéniques $C_{15}H_{22}^O$ correspondant à UN alcool $C_{15}H_{24}^O$
- Aldehydes $C_{10}H_{14}^O$ qui correspondent aux alcools $C_{10}H_{16}^O$
- Aldehydes $C_{10}H_{16}^O$ qui correspondent aux alcools $C_{10}H_{18}^O$
- Aldehydes $C_{10}H_{10}^O$ qui correspondent aux alcools $C_{10}H_{20}^O$

Les Aldehydes des huiles essentielles sont nombreuses et jouent un role important vis à vis de l'intensité du parfum .

.../...

c- Alcools

Les alcools contenus dans les huiles essentielles, sont soit à l'état libre, soit à l'état d'éthers composés, jouent un rôle odorant de la plante.

Les alcools de la série terpénique proviennent, soit des terpènes de formule $C_{10}H_{16}$ des dihydroterpènes $C_{10}H_{10}$ ou des sesquiterpènes de formule $C_{15}H_{24}$.

LES Alcools sont les suivants :

- Homologues inférieurs $C_9H_{16}O$ des alcools terpéniques de formule $C_{10}H_{18}O$.
- Alcools sesquiterpéniques de formule $C_{15}H_{24}O$, en ce qui concerne la première catégorie, correspond à des produits de substitution de OH à un atome d'hydrogène.
- et pour la deuxième catégorie, correspond à des produits provenant de la fixation d'une molécule d'eau.
- Alcools terpéniques de formule $C_{10}H_{16}O$, qui dérivent des terpènes $C_{10}H_{16}$ par substitution d'un groupement OH à un atome d'hydrogène.
- Alcools terpéniques de formule $C_{10}H_{18}O$ correspondant à des produits d'addition d'une molécule d'eau à une molécule des terpènes. $C_{10}H_{16}$
- Alcools $C_{10}H_{20}O$ provenant de l'hydratation des dihydroterpènes $C_{10}H_{18}$.

d- Cétones

Les cétones proviennent des alcools secondaires après oxydation, parmi lesquelles, il existe des cétones terpéniques et des cétones non terpéniques. Les cétones terpéniques se divisent en :

- Homologues inférieurs de formule $C_9H_{14}O$ des cétones terpéniques
- Homologues supérieurs de formule $C_{11}H_{16}O$ et $C_{13}H_{18}O$ des cétones terpéniques $C_{10}H_{14}O$.
- Des cétones qui correspondent soit à des alcools secondaires $C_{10}H_{16}O$, soit à des alcools secondaires de formule $C_{10}H_{18}O$.

.../...

e- Acides

Ces acides sont contenus dans la partie aqueuse condensée

f - Oxydes

Les oxydes sont très nombreux dans les huiles essentielles /1/

I- 2 - EUCALYPTUS

II.2.1. - DEFINITION

L'Eucalyptus est originaire d'Australie, il se rencontre dans toute l'Europe et dans l'Afrique Méditerranéenne. Il appartient à la famille des Myrtacées, près de 600 espèces sont connus. C'est un arbre de 20 à 30 m de hauteur et dont le diamètre peut atteindre 0,5 à 2 M. La couleur des feuilles varie avec l'espèce du vert pâle au vert jaunâtre, elles sont pétiolées ou lancéolées, la nervation est oblique.

L'huile essentielle est retirée des feuilles et tiges d'Eucalyptus par distillation à la vapeur d'eau.

Les espèces d'Eucalyptus sont réparties en trois groupes : (4)

a - Eucalyptus riche en phéllandrène

Son huile essentielle sert comme solvant dans la flottation des minerais et comme base à la synthèse industrielle du thymol et du menthol et aussi comme agent désinfectant.

b - Eucalyptus riche en cinéol

Ces Eucalyptus possèdent des propriétés pharmacologiques qui sont dues à la grande activité du cinéol (Eucalyptol)
Le plus utilisé est l'Eucalyptus globulus.

c - Eucalyptus riche en citronellal et en acétate de géranyle

Son huile : essentielle est utilisée en parfumerie.

Exemple : Eucalyptus citriodorota.

.../...

II- 2.2. - ENCALYPTUS GLOBULUS

C'est une variété très importante et intéressante à connaître à plusieurs points de vue, grâce aux travaux et aux efforts d'un certain nombre de botanistes et de médecins, les propriétés remarquables de ce singulier végétal sont appréciées à leur valeur et on se préoccupe d'en tirer partie, non seulement pour la thérapeutique, mais encore pour l'assainissement des pays marécageux (5)

I-2.2.1 - Caractères physiologiques

L'Eucalyptus globulus Labill dit Gommier bleu de tasmanie fut observé pour la première fois en Australie par LABILLARDIERE en 1792. Il a été introduit dans la zone Méditerranéenne en 1869 (6) Il présente, lorsqu'il est jeune, l'aspect d'une masse pyriforme, mais sa physionomie ne tarde pas à varier beaucoup, suivant la matière dont on le gouverne et les conditions dans lesquelles, il se développe.

Il possède une odeur balsamique, plus agréable que celle de la térébenthine, et qui provient d'une huile essentielle volatile contenue en grande abondance dans ses feuilles et ses racines, et il faut bien qu'il en soit ainsi chez un végétal qui pousse avec une rapidité si prodigieuse. Ce sont surtout les feuilles qui confèrent aux Eucalyptus leur unité physionomique.

Les feuilles adultes sont toujours entières, coriaces et épaisses les feuilles de jeunesse sont très différenciées par rapport aux feuilles adultes, très souvent opposées, cireuses.

Le trait remarquable des feuilles est leur longueur qui varie entre 20 et 35 m (7)

Le bouton floral, gros en forme de toupie anguleux, est facilement distingué des autres espèces du genre. (8)

La culture d'eucalyptus prospère dans tous les climats intermédiaires entre les climats chauds et les climats tempérés. (7)

I- 2.2.2 - Principes chimiques

Les feuilles d'Eucalyptus renferment des tanins (acides tannique et gallique) de la pyrocatechine, de l'alcool amylique, un acide particulier cristallisable dans l'alcool, une substance spéciale, l'Eucalyptène, enfin 3 à 5 pour cent d'essence fluide jaune très pâle. (8)

.../...

I -3. -TRAITEMENT ET PREPARATION DE LA MATIERE VEGETALE

La vaporisation de l'huile essentielle, qui est enfermée à l'intérieur des glandes des plantes aromatiques, par la vapeur d'eau, ne peut être accomplie que par l'hydrodiffusion qui est un processus lent, pour l'activer c'est à dire améliorer la vitesse de vaporisation, il faut que ces dernières subissent un traitement par broyage, morcellement, contusion, écrasement ou autres à l'aide d'appareils adaptés à ces usages.

Mais, ce traitement de la matière végétale provoque une déperdition de l'huile volatile par évaporation, oxydation et spécialement lors de l'utilisation d'appareils rotatoires et meules à grande vitesse.

L'étendue de la déperdition dépend de la vitesse de circulation de l'air dans le système, le degré de chaleur et la composition de l'huile volatile (point d'ébullition et résistance à l'oxygène)
(9)

CHAPITRE II : LES PROCEDES DE FABRICATION DES HUILES ESSENTIELLES

L'extraction des huiles essentielles se fait par différentes méthodes et ce qui introduit cette diversité, c'est d'abord la variété des matières premières et ensuite la sensibilité considérable de certains parfums qui oblige à n'employer que des moyens peu violents sans intervention d'agents chimiques trop énergiques (1)

En effet les essences peuvent être retirées : des fleurs, des bourgeons floraux, des feuilles, des tiges, des racines, des écorces des fruits et des grains. On comprendra dans ces conditions qu'il ne puisse pas exister un procédé unique d'obtention des huiles essentielles, bien au contraire, les moyens les plus divers ont été mis en oeuvre pour retirer des végétaux, les essences aromatiques avec le rendement le plus élevé, tout en conservant aussi intacts que possible les parfums les plus délicats.

Pour la commodité de l'étude, ainsi les méthodes d'extraction des huiles essentielles (1)

- 1° - Extraction par expression
- 2° - Extraction par distillation
- 3° - Extraction par épuisement avec des solvants volatils
- 4° - Extraction par épuisement au moyen de corps gras.

.../...

II- 1- EXTRACTION PAR EXPRESSION

Cette méthode ne peut être utilisée que lorsque la matière première est riche en essence, elle consiste à soumettre cette matière déchi-quetée à une forte pression de façon à faire sortir l'essence des glandes qui la secrètent ou des cellules qui la contiennent.

C'est en somme un procédé analogue à celui employé depuis la plus haute antiquité pour l'extraction des huiles des olives ou des graines oléagineuses.

II - 2 - EXTRACTION PAR DISTILLATION

La distillation des plantes fait intervenir trois méthodes générales :

1 - Hydrodistillation

2 - Distillation à la vapeur d'eau.

3 - Hydrodistillation couplée à la distillation à la vapeur d'eau

II - 2 - 1 - Hydrodistillation

Le trait caractéristique de cette méthode se situe dans le contact entre l'eau bouillante et la matière végétale, dont cette dernière peut flotter sur l'eau ou être complètement immergée selon sa densité et la quantité à traiter.

II - 2 - 2 - Distillation à la vapeur d'eau

La distillation dont il s'agit ici n'est pas la distillation homogène, celle ci ne serait pas employable pour l'extraction des essences à cause de la température élevée qu'il faudrait atteindre et de l'altération des produits qu'en résulterait.

Dans ce cas, la matière végétale est déposée sur une grille perforée à une certaine distance au dessus du bas de l'alambic, ou directement dans l'alambic, puisque ce dernier n'est pas remplie d'eau. La vapeur saturée ou surchauffée à haute pression introduite à travers la charge (9)

II : 2 - 3 - Hydrodistillation avec distillation à la vapeur

Pour cette distillation, la matière végétale est déposée sur une grille perforée à une certaine distance au dessus du bas de l'alambic dont la partie inférieure de cette dernière est remplie d'eau. Dans ce cas la vapeur, saturée et mouillée à basse pression, s'élève à travers la matière (9) végétale

.../...

II - 3. EXTRACTION PAR EPUISEMENT AVEC DES SOLVANTS VOLATILS

Cette extraction consiste à épuiser le produit odorant par un solvant et à le chasser de l'extrait, soit par distillation, soit par précipitation.

L'important pour cette extraction est le choix du solvant approprié qui donne un bon résultat.

II - 4. EXTRACTION PAR EPUISEMENT AU MOYEN DE CORPS GRAS

Ce procédé donne avec le meilleur rendement un produit dont l'odeur est tout à fait semblable à celle de la fleur quand il s'agit d'une extraction par un corps gras à froid qui se fait par contact sans immersion, ce procédé est appelé enflourage, qui est utilisé pour les fleurs dont le parfum n'est pas tout formé (1).

Quand il s'agit d'une extraction par un corps gras à chaud qui se fait par contact avec immersion, ce procédé est appelé macération, qui est utilisé pour les fleurs dont le parfum se trouve formé.

CHAPITRE III : BASE THEORIQUES DE LA DISTILLATION A LA VAPEUR

III - 1 - DEFINITION

La distillation est un processus de séparation des constituants d'un mélange qui est basé sur la différence de leur volatilité ou de leur tension de vapeur.

La distillation à la vapeur est une technique de distillation dans laquelle la vapeur d'eau est en contact avec le mélange à distiller. (40)

III - 2 - PRINCIPE ET THEORIE DE LA DISTILLATION A LA VAPEUR

Le principe sur lequel est basée cette opération a été mis en évidence par LIEBIG en 1832 et n'est au fond qu'une conséquence de la loi de DALTON sur le mélange des gaz et des vapeurs. (1)

- cas d'un binaire : (eau + liquide)

Ces deux constitutants placés dans un ballon, forment deux couches superposées complètement insoluble l'un dans l'autre. La pression de vapeur de ce mélange dépend seulement de leur pression de vapeur. La pression partielle de chaque substance est égale à sa pression de vapeur à la température considérée

$$p_e = P^{\circ}_e$$

$$P_1 = P^{\circ}_1$$

$$\text{AVEC } P = P_e + P_1$$

.../...

p = Pression totale

p°_e = Pression de vapeur de l'eau

P_e = Pression partielle de l'eau

P°_L = Pression de vapeur du liquide

P_L = Pression partielle du liquide.

III - 2 - 1. - TEMPERATURE D'EBULLITION DU MELANGE

Lorsque des corps liquides non miscibles et n'exerçant aucune action l'un sur l'autre se trouvent mélangés, la tension de vapeur du mélange est la somme des tensions maxima de chacun des corps à la température considérée.

Il en résulte deux phénomènes (1)

a - Le mélange entrera en ébullition lorsque la somme des tensions de vapeur sera égale à la pression qu'il supporte, c'est à dire à une température qui sera nécessairement inférieure à la température d'ébullition du constituant le plus volatil

b - tant que les deux corps resteront en présence et quelque soient leurs proportions relatives, le point d'ébullition du mélange restera fixe et comme chaque corps distille proportionnellement à sa propre tension de vapeur, la composition du distillat restera constante. Pour la détermination de cette température, on procède

1ERE METHODE

On trace d'abord un diagramme de la pression de vapeur en fonction de la température avec deux (io) orientations de l'axe des ordonnées, sur la partie en dessous de l'axe des abscisses et portée la pression de vapeur de l'eau en fonction de la température, et sur la partie au dessus, la pression de vapeur du liquide en fonction de la température. A partir du point d'ébullition du liquide, on trace une parallèle à la courbe de la partie supérieure.

L'intersection nous donne la température d'ébullition du mélange. (11)

Exemple : Binaire (eau- aniline)

Les résultats de la pression de vapeur en fonction de la température pour les deux liquides sont regroupés sur le tableau suivant :

T (°C)	80	90	100	110	120	130	140	184,4
$P_L \cdot 10^{-3}$ (N.M ⁻²)	2,40	3,90	6,10	9,23	12,9	19,3	27,2	101
$P_e \cdot 10^{-3}$ (N.M ⁻²)	47,4	70,1	101,3	143,3	198,5	270,1	361,4	-

.../...

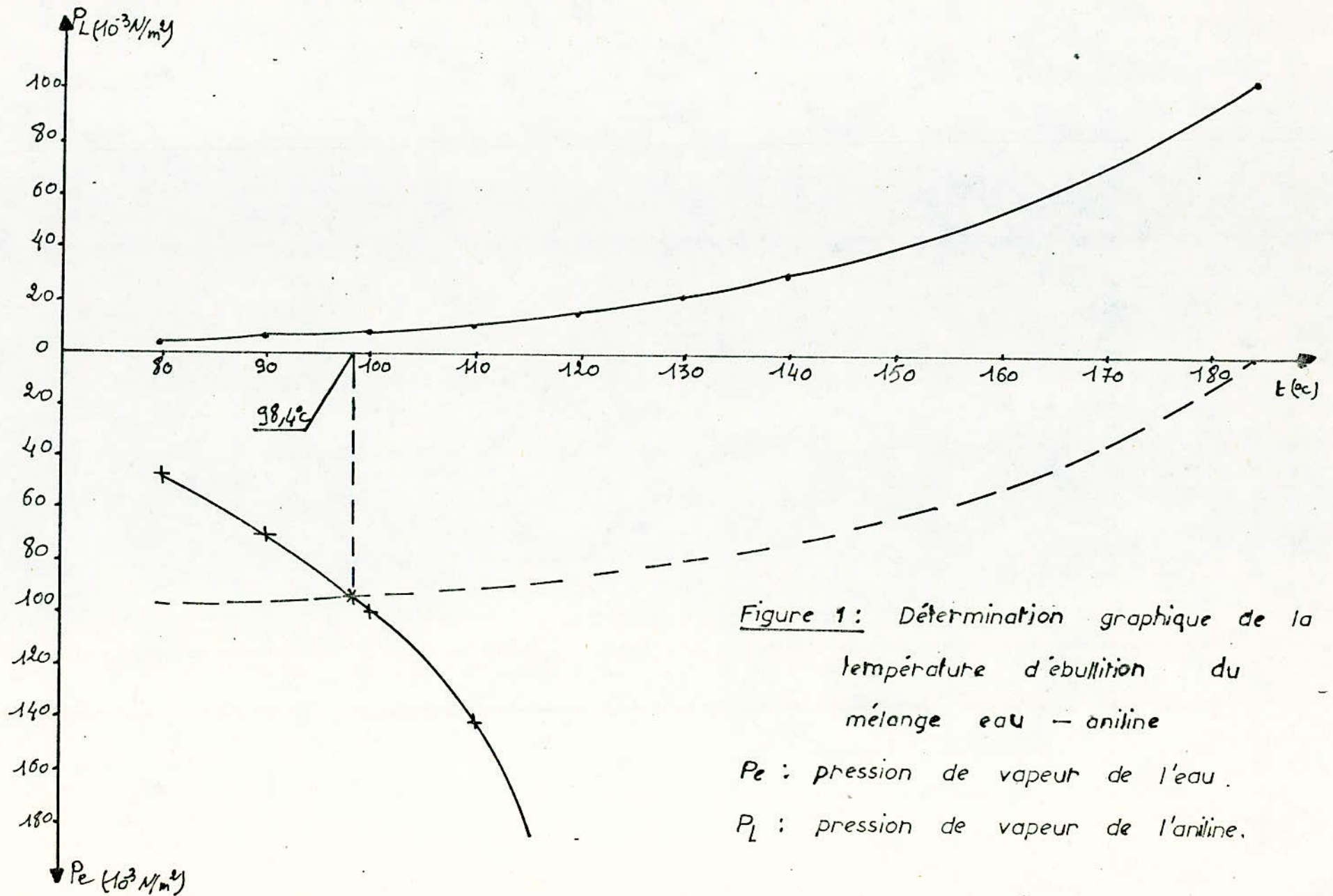


Figure 1: Détermination graphique de la température d'ébullition du mélange eau - aniline

P_e : pression de vapeur de l'eau.

P_L : pression de vapeur de l'aniline.

III - 2 - 2 - COMPOSITION DE LA PHASE VAPEUR A PRESSION ATMOSPHERIQUE

Il est possible de déterminer la proportion des deux constituants dans le produit entraîné, en effet si P_e et P_L sont les pressions de vapeur des deux liquides à la température d'ébullition, on a nécessairement proportionnalité entre les deux pressions et les volumes qui distillent, c'est à dire (1)

$$\frac{V_e}{V_L} = \frac{P_e}{P_L}$$

Or $W = V.D.$

en appelant : D la densité absolue de l'un des corps en présence

W le poids de l'un des corps en présence

Comme $V = \frac{W}{D}$

Nous avons $\frac{P_e}{P_L} = \frac{W_e}{W_L} \times \frac{D_L}{D_L}$

ou $\frac{W_e}{W_L} = \frac{P_e}{P_L} \times \frac{D_L}{D_L}$

D'après la Loi d'Avogadro

$$D = \frac{M}{22,4}$$

M étant la masse moléculaire de l'un des liquides : nous aurons donc

$$\frac{W_e}{W_L} = \frac{P_e}{P_L} \frac{M_e}{22,4} \frac{22,4}{M_L}$$

d'où $\frac{W_e}{W_L} = \frac{P_e}{P_L} \times \frac{M_e}{M_L}$

On remarque, d'après la formule ci-dessus, que le poids W_L d'un liquide quelconque entraîné par un poids W_e de vapeur d'eau sera d'autant plus grand que ce corps aura une pression de vapeur plus forte à la température d'ébullition du mélange et un poids moléculaire plus élevé.

Donc dans la distillation à la vapeur d'eau des matières végétales on écrit $\frac{W_e}{W_{\text{huile}}} = \frac{P_e}{P_{\text{huile}}} \frac{M_e}{M_{\text{huile}}}$

.../...

mais il faut remarquer que pour la plus part des produits utilisés en parfumerie, la proportion entraînée par l'eau n'est jamais bien considérable, parce que, lorsque le poids moléculaire s'élève, le point d'ébullition s'élève aussi, c'est à dire qu'au voisinage de 100°C, la pression de vapeur est relativement faible. On peut dire, d'une manière générale, que par distillation à la vapeur, on obtient avec une grande quantité d'eau, une faible quantité d'essence et celle-ci toujours plus légère surnagera. ()

III - 2 - 3 - TRANSFERT DE MATIERE

Le transport des molécules de l'huile vers l'interface solide vapeur (diffusion interne) est régi par la première loi de FICK (4)

$$dw = - K.F. \frac{dc}{dx} dt$$

W : Masse de l'huile

K : Coefficient de transfert

F : Surface externe

$\frac{dc}{dx}$: gradient de concentration

x : Distance

t : Temps

Le coefficient K exprime la masse de l'huile transportée vers l'interface en unité de temps, si le gradient de concentration est unitaire, le coefficient K dépendra de la température, de la viscosité et de la taille des molécules transportées (4)

$$K = \frac{RT}{N} \frac{1}{6 \pi \eta r}$$

R - constante des gaz parfait

T - Température absolue

N - Nombre d'Avogadro

η - Viscosité

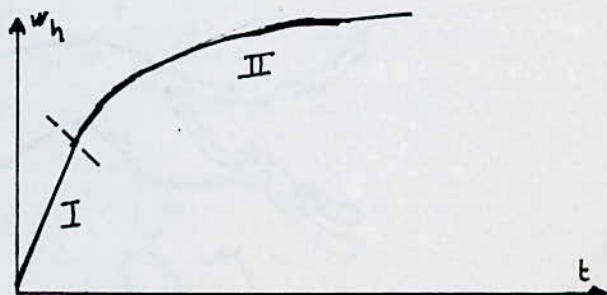
r - rayon des molécules d'huile transportées.

III - 2 - 4 - COURBE CINETIQUE

Caractéristique générale de la distillation à vapeur

w_h - masse d'huile éliminée du solide

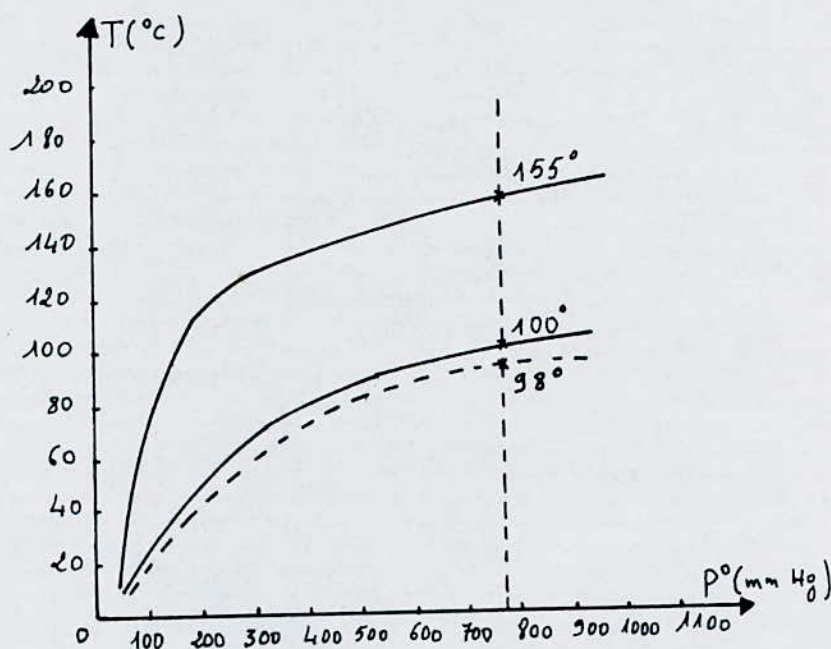
t - temps de distillation



Avec ces valeurs, on trace le diagramme de la pression de vapeur en fonction du temps (figure) et on déduit graphiquement la température d'ébullition du mélange eau - aniline : $T_{eb} = 98,4^{\circ}\text{C}$

2EME METHODE

Par exemple, on trace sur un même graphique les variations de la pression de vapeur en fonction de la température pour l'eau et pour l'essence de Térébenthine, on a les deux courbes (figure 8) qui coupent l'abscisse de 760 mm (pression atmosphérique) respectivement à 100°C et 155°C (les points d'ébullition de ces deux corps) en traçant sur le même graphique la courbe représentant les variations, en fonction de la température, de la somme des deux premières courbes, reste toujours en dessous de celle de l'eau, coupe l'abscisse de 760 mm à 96°C environ. En effet c'est à 96°C que distille un mélange d'eau et de térébenthine et cela quel que soient les proportions relatives des deux corps, à condition que l'un des deux ne soit pas dans le mélange à l'état de traces (4)



VARIATION DE LA PRESSION EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

Entraçant la courbe cinétique, on remarque que celle-ci présente deux parties : (4)

LA 1ERE PARTIE :

Au début, le gradient de concentration à l'intérieur de solide est nul par conséquent la force motrice est nulle et seule l'huile qui se trouve à la surface externe du solide est évaporée. La vitesse de transfert de masse du solide vers la phase vapeur dépend de la vitesse de vapeur, de la température et de la surface externe du solide.

Dans cette première partie la vitesse demeure constante puisque le tronçon de courbe est une droite.

LA 2EME PARTIE

La vitesse de transport de l'huile vers la surface dépend de la vitesse de diffusion interne, cette dernière diminue brusquement car la concentration à l'intérieur du solide diminue, ce qui entraîne la diminution de la vitesse de vaporisation.

III - 2 - 5 - LES PRINCIPAUX EFFETS ACCOMPAGNANT LA DISTILLATION DES MATIERES VEGETALES

a - Effet d'hydrodiffusion

La distillation de la matière végétale est liée au processus de diffusion à travers une membrane perméable qui est décrit par VON RECHENBERG (9) comme suit, à la température d'ébullition de l'eau une partie de l'huile volatile est dissoute dans l'intérieur des glandes, cette solution d'huile dans l'eau pénètre par diffusion à travers les membranes de la plante et enfin parvient à la surface extérieure, de là, l'huile est vaporisée par la vapeur qui pénètre dans le tissu de la plante.

Ce processus continu jusqu'à ce que toutes les substances volatiles soient diffusées à partir de l'huile des glandes et soient vaporisées par la vapeur d'eau qui traverse la charge constituée de la matière végétale.

b - Effet d'Hydrolyse

L'hydrolyse est définie dans ce cas comme étant une réaction entre l'eau et certains constituants des huiles essentielles. Ces produits naturels se composent partiellement d'esters qui sont constitués d'acides gras et d'alcools. A température élevée et en présence d'eau, les esters tendent à réagir avec l'eau et forment des acides et des alcools, mais cette réaction est réversible, donc si la concentration en eau est grande, les quantités d'alcool et d'acide peuvent aussi être grandes, par conséquent la réaction d'hydrolyse qui est favorisée et le rendement en huile essentielle peut être décroissant. Ce résultat est un des principaux inconvénients de l'hydrodistillation, dans laquelle la quantité d'eau est grande, par conséquent le phénomène d'hydrolyse est important par contre le cas

.../...

de l'hydrodistillation couplée à la distillation à la vapeur d'eau, le degré d'hydrolyse est moins important et il atteint son niveau le plus bas avec la distillation à la vapeur d'eau et particulièrement avec une vapeur surchauffée ()

c - Effet de la Chaleur

Les huiles essentielles sont composées de constituants volatils qui sont plus ou moins sensibles à l'influence de la chaleur. La pression de distillation peut être imposée (atmosphérique, élevée, ou réduite) mais la température de la vapeur d'eau ou de la vapeur naissante du mélange à travers la charge dans l'alambic varie au cours de l'opération, elle est faible au début car les constituants volatils qui sont plus ou moins sensibles à l'influence de la chaleur.

La pression de distillation peut être imposée (atmosphérique, élevée, ou réduite) mais la température de la vapeur d'eau ou de la vapeur naissante du mélange à travers la charge dans l'alambic varie au cours de l'opération, elle est faible au début car les constituants, à bas point d'ébullition des substances volatiles vaporisent les premiers, puis les constituants à haut point d'ébullition prédominent dans les vapeurs et que la quantité des vapeurs d'huile dans la vapeur du mélange décroît, la température monte graduellement jusqu'à ce qu'elle atteigne celle de la vapeur saturée à pression donnée.

Pratiquement, tous les constituants des huiles essentielles sont peu instables à des températures élevées. ()

III - 3 - AVANTAGES ET INCONVENIENTS DE LA DISTILLATION A LA VAPEUR

Cette distillation à la vapeur est incontestablement la méthode la plus employée pour l'extraction des essences car elle présente les avantages suivants :

a - Elle permet avec un matériel assez simple de traiter de grandes quantités de matières premières.

b - Elle fournit directement une essence très pure.

c - Elle donne en général d'excellents rendements.

Cependant, nous ne pouvons pas l'appliquer dans tous les cas, car :

a - Certaines substances odorantes sont altérées à la température d'ébullition de l'eau.

b - Certains constituants des essences étant solubles dans l'eau, ne se retrouveront pas dans l'essence ou tout au moins n'y seront que partiellement représentés. Il en résultera, que l'essence obtenue par distillation à la vapeur n'aura pas toujours exactement l'odeur de la matière première ()

.../...

III - 4. UTILISATION DE LA DISTILLATION A LA VAPEUR D'EAU

Plusieurs cas se présentent :

- Cas où le produit à distiller est thermiquement instable ou pouvant réagir avec d'autres composés à la température d'ébullition.
 - Cas où le mélange à distiller est constitué de deux liquides aux températures élevées.
 - Cas de séparation de deux liquides dont l'un est volatil en présence d'eau.
 - Cas où le liquide distillé est non miscible avec l'eau.
 - Cas où les autres méthodes de distillation ne sont pas suffisantes ou présentent un danger.
- ↓ Cas où le produit à haut point d'ébullition ne peut pas être distillé par un chauffage direct sous basse pression. (11)

CHAPITRE IV - EQUIPEMENT POUR LA DISTILLATION DES MATIERES VEGERALES

L'équipement utilisé dans la distillation des matières végétales dépend de la grandeur de l'opération et de la méthode de distillation choisie, cependant, il existe quatre parties principales qui forment la base des trois méthodes des distillations des plantes aromatiques citées dans le chapitre II.

Ces parties principales sont :

- 1 - l'alambic
- 2 - le condenseur
- 3 - Le réservoir pour le condensat (séparateur d'huile)
- 4 - la chaudière pour la production de vapeur d'eau (1)

IV. 1 - L'alambic,

Il sert principalement, comme un conteneur de la matière végétale et comme un récipient dans lequel l'eau et /ou la vapeur d'eau contacte la matière végétale et vaporise son huile essentielle (3)

- ISOLATION DE L'ALAMBIC

L'alambic doit être isolé pour conserver la chaleur et éviter le transfert de chaleur avec l'extérieur.

Si l'isolation n'est pas réalisée, la vapeur d'eau sera condensée à l'intérieur de l'alambic à cause de la perte de chaleur à travers la surface de la section cylindrique et ceci provoque un mouillage de la charge, et de ce fait les particules de la plante se tassent,

.../...

s'agglutinent et consomment une très grande quantité de la vapeur d'eau, la durée de distillation se trouve prolongée, et le rendement en huile devient faible. (Figure : 2-3-4)

IV. 2 - Le condenseur

Sa dimension et son modèle sont variables, et plusieurs types peuvent être considérés.

Le condenseur sert à convertir toute la vapeur d'eau ainsi que les vapeurs chargées d'huile en liquide.

La longueur du condenseur et le nombre de tubes peuvent être déterminés à partir de la quantité de vapeur à condenser.

Lors de l'utilisation de l'eau comme moyen de refroidissement, il convient d'insérer deux serpentins limitrophes dans un réservoir condenseurs (5) tel que le condenseur tubulaire (figure 6) qui assure une meilleure condensation des vapeurs (9)

IV. 3 - Réservoir pour le condensat (séparateur d'huile)

Cette partie est très intéressante, elle est constituée d'un réservoir décanteur, dont sa fonction est de séparer l'huile de l'eau rapidement et complètement.

Beaucoup de séparateurs sont construits selon le principe des vases florentins (figure 7), puisque, l'huile et l'eau sont insolubles l'un dans l'autre à cause de la différence de leur densité.

Mais nous trouvons des des matières végétales qui donnent des huiles essentielles distillant au début avec des fractions plus légères que l'eau et à la fin de la distillation, avec des fractions plus lourdes que l'eau à cause de la croissance progressive de la densité de ces fractions de l'huile, pour cette raison, nous utilisons un séparateur du type de la figure (8)

IV.4- LA CHAUDIERE

La chaudière est un récipient métallique servant à générer de la vapeur, ses dimensions dépendent de la quantité de vapeur nécessaire et de la pression de travail.

La chaudière doit disposer d'un système de détermination du niveau d'eau et de la pression.

Nous trouvons deux types de chaudières : chaudières à basse pression et à haute pression, les premières produisent une faible pression mais avec un grand volume de vapeur et les secondes sont plus efficaces en ce qui concerne la distillation en raccourcissant sa durée (9)

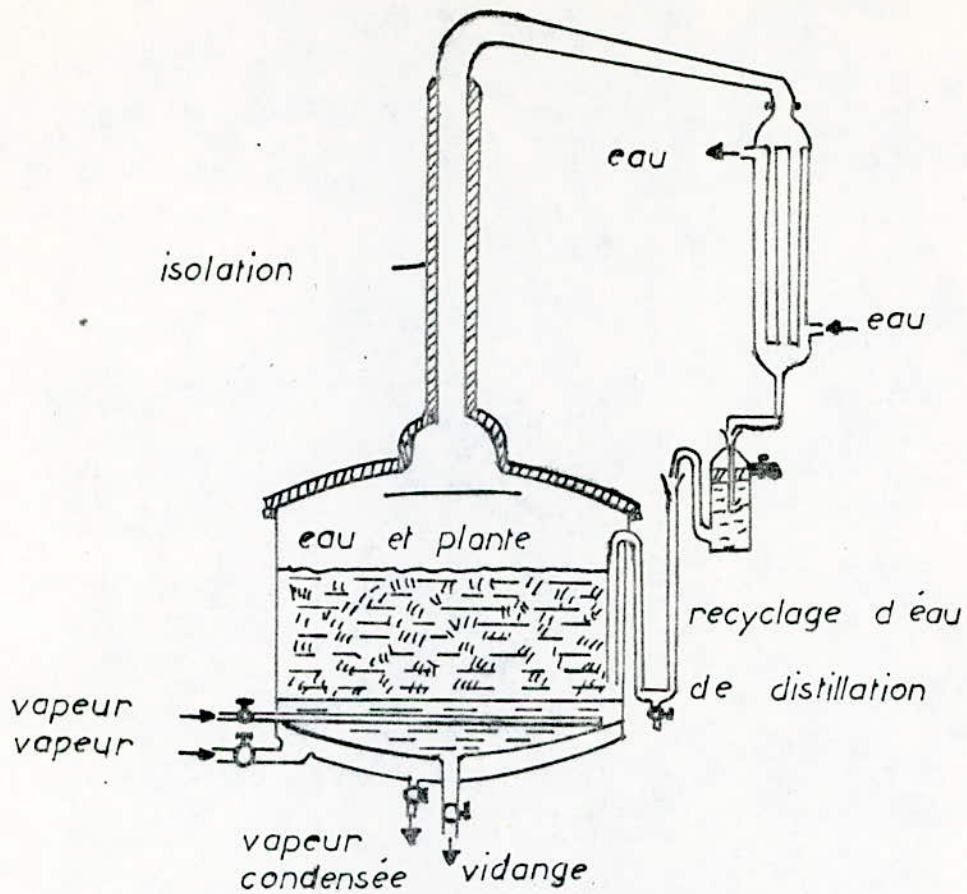


Figure 2 : Alambic pour l'hydrodistillation

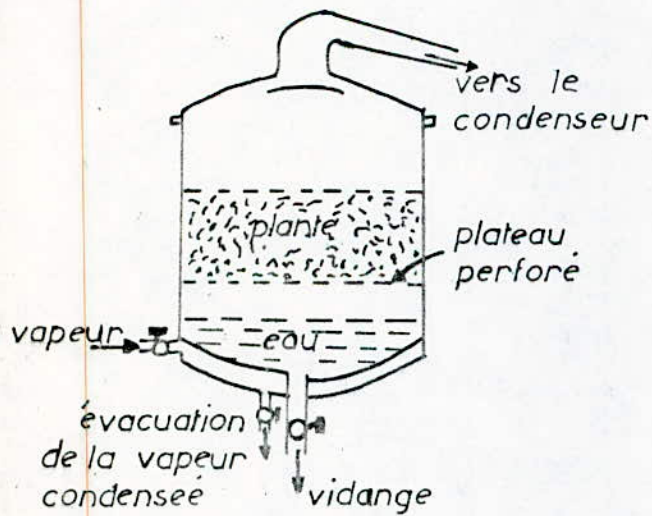


Figure 3 : Alambic pour l'hydrodistillation couplée à la distillation à la vapeur

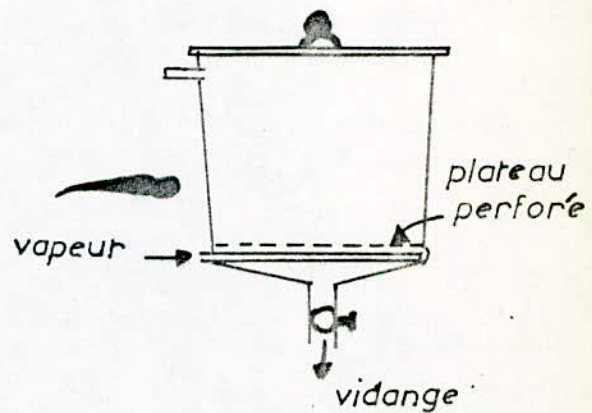


Figure 4 : Alambic pour la distillation à la vapeur

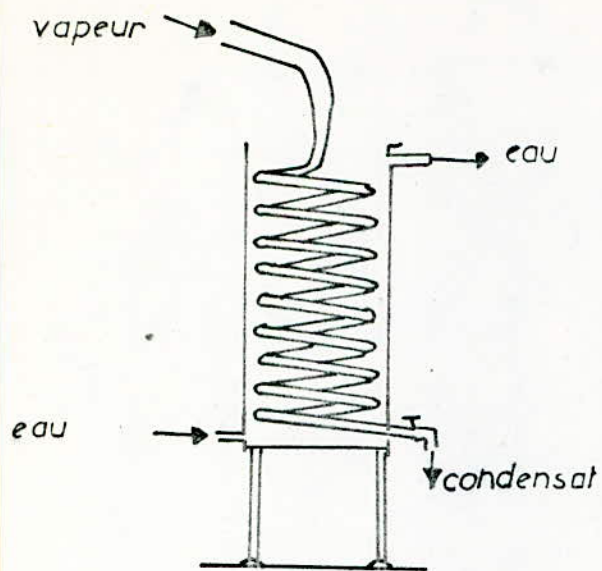
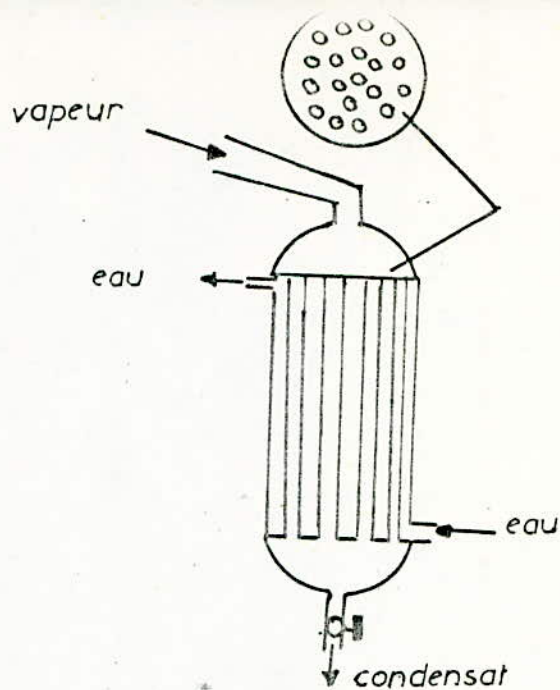


Figure 5: condenseur à
serpentin



Figure, 6: condenseur tubulaire

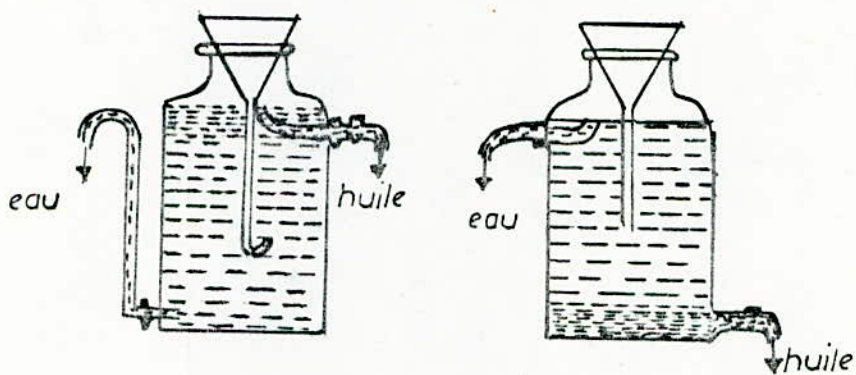


Figure 7: vases florentins

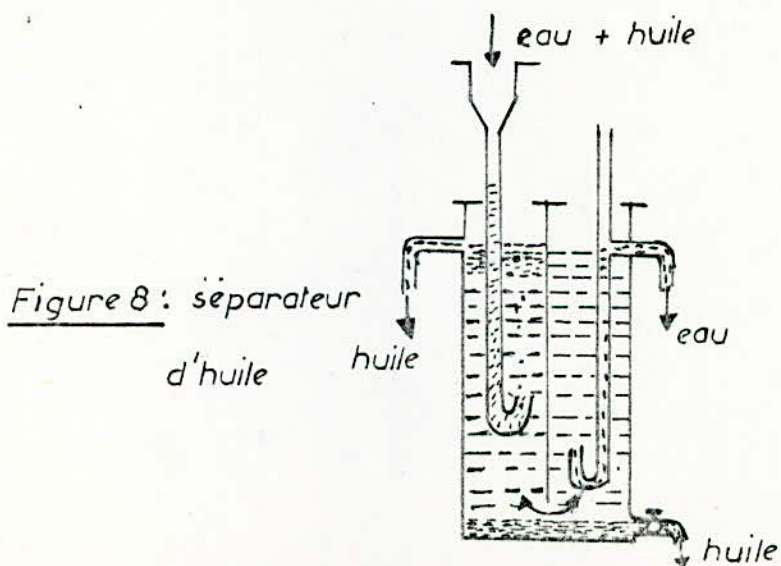


Figure 8: séparateur
d'huile

V - METHODES D'ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE

V -1 HISTORIQUE

La découverte de la chromatographie revient au botaniste russe TSWETT qui décrivait dès 1903 la séparation des constituants d'extraits végétaux par pacolation sur une colonne d'absorbant. La seule expérience familière qui l'utilisait était la séparation des constituants de la chlorophille brute par ascension capillaire de sa solution le long d'une bande de papier filtre.

Son emploi au laboratoire s'est développé depuis 1931 après que KOHN et LEDERER l'eurent utilisée dans l'étude du carotène et de la xanthophylle.

Depuis la chromatographie sur colonne telle que la décrivait TSWETT n'a fait que progresser. La substance à analyser est déposée au sommet d'une colonne constituée par un tube de verre vertical ouvert aux deux extrémités et remplie d'un absorbant pulvérulent. Le solvant ajoutée entraîne les constituants du mélange à des vitesses différentes selon leur nature, ce qui conduit à leurs séparation.

Dans la technique de TSWETT, les produits à séparer sont absorbés sur le carbonate de calcium, c'est à dire qu'ils s'accumulent à l'interface des grains d'absorbant et du liquide solvant ; c'est pourquoi on parle alors de chromatographie d'absorption.

Tandis qu'on perfectionnait la méthode primitive, on découvrait de nouveaux procédés basés sur des principes physique différents. C'est ainsi qu'une nouvelle technique, celle de la chromatographie de partage vit le jour en 1941 par Martin et Synge, étudiant la solubilité des acetyl-acides aminés dans différents solvants, mettent au point un dispositif permettant de séparer ces corps. Ils utilisent d'abord une colonne remplie de fils de coton et de fils de laine parallèles.

Le coton, conduisant de l'eau par capillarité entraîne les acétyls-acide aminés dans un sens. Les fils de laine conduisent le solvant organique dans l'autre sens, selon leur solubilité, les acétyls-amino-acides se répartissent entre les deux (2) solvants ce qui permet de les séparer.

Une troisième étape fut franchie par Codsén et Corsén (1944) qui voulurent étendre la méthode de Martin et Synge aux acides aminés non acétyls. Ils emploient tout d'abord une colonne de verre remplie de rondelles de papier filtre superposées en guise d'absorbant, puis ils utilisent plus simplement une feuille de papier filtre placée dans une enceinte saturée de vapeur d'eau. Après avoir déposé un échantillon du mélange à analyser en haut de la feuille, ils entraînent les différents constituants à l'aide d'un solvant convenable s'écoulant par capillarité.

Cette méthode de chromatographie de partage sur papier connu un développement extraordinaire ; a été étendu aussi à l'analyse minérale.

- En 1938 IZMAILOW et SCHRAIBER avaient décrit une méthode où ils utilisaient des couches minces d'alumine étendues sur des plaques de verre.

- C'est à partir de 1958 que STAHL développa l'élan de la chromatographie sur couches minces en stardisant la méthode et en construisant des appareils facile à manipuler.

D'une façon schématique, ils opèrent de la façon suivante : une plaque de verre est recouverte d'une couche régulière d'absorbant convenable (sel de silice, alumine) le produit à analyser est déposer vers le bas de la plaque, le tout est ensuite placé verticalement dans une cuve dans laquelle ils introduisent le solvant sur hauteur et les substances à étudier sont alors entraînées à des différentes vitesses.

Cependant dans le domaine de chromatographie les plus grands progrès datent de l'utilisation de colonnes d'échangeurs d'ions pour la séparation des produits de fission divulguée depuis 1947 par la commission américaine de l'énergie atomique.

La chromatographie en phase gazeuse, dernière venue a eu un développement extrêmement rapide et est devenue la méthode d'analyse la plus appréciée dans les domaines très variés, elle est en effet très sensible et efficace et d'un emploi très simple. (10)

X

Le point commun à toutes ces techniques est l'idée de percolation (couler à travers) la chromatographie peut-être définie comme méthode d'analyse immédiate par percolation d'un liquide ou d'un gaz sur une matière poreuse ou divisée, il se produit alors des échanges répétés entre phases, et les constituants de la phase mobile se séparent par suite de la différence de leurs vitesse de migration, donc la chromatographie est donc un procédé de fractionnement comparable à la distillation mais les échanges ont lieu entre phases fixe et mobile au lieu d'avoir lieu entre deux phases mobiles (13).

V -2 PRINCIPE DE LA CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUX

En principe la chromatographie en phase gazeux est une technique de séparation pour substances volatiles basée sur les différences de coefficient de partage des produits à séparer entre phase mobile gazeuse et phase fixe solide ou liquide disposée dans une colonne traversée par le courant gazeux (12)

Les phases fixes utilisées sont très nombreuses alors que les phases mobiles sont en nombre restreint.

La phase fixe est constituée par un adsorbant solide à travers duquel cheminent les gaz à séparer, entraînés par un courant de gaz inerte appelé gaz vecteur qui joue le rôle de solvant.

Ensuite l'adsorbant solide a été remplacé par un liquide peu volatil réparti à la surface d'un support solide inerte. C'est la chromatographie de partage gaz liquide. Cette méthode avait été théoriquement par Martin et Synbe dès 1941 mais mise au point et appliquée par Jame et Martin en 1952 seulement elle connaît maintenant un très grand développement et de multiples applications, car elle présente beaucoup d'avantages.

Emploi d'échantillon minimes, on détecte en effet beaucoup plus facilement des vapeurs dans un gaz permanent que des corps dissous dans un solvant.

Equilibre rapide des constituants du mélange avec le matériau de remplissage car la diffusion dans le gaz éluant est très prompts.

Efficacité des colonnes car la compressibilité et la faible viscosité des gaz permet de choisir des colonnes longues et étroites.

V -2/1 CHOIX DE LA PHASE STATIONNAIRE

Le choix de la phase stationnaire présente une importance primordiale pour le succès des analyses à effectuer qui sera guidé par la nature des composés à analyser.

Pour cela il faut que la phase stationnaire soit chimiquement inerte vis à vis du soluté à analyser.

Avoir une bonne et abilité sur le support, et ne doit pas présenter de volatilité ou de signe de décomposition à la température d'utilisation.

Il est aussi nécessaire de faire un choix pour le support qui présente lui aussi une grande importance, un support idéal présenterait les qualités suivantes :

- 1/ Inertie chimique et physique (absence de propriétés catalytiques)
- 2/ Grande surface spécifique, les pores étant relativement gros et d'une distribution uniforme.
- 3/ Bonne résistance mécanique et bonne stabilité thermique (14)

- 4/ Grande porosité afin de présenter une faible perte de charge.
- 5/ Adsorption nulle vis à vis des solutés.

V - 2/2 ELEMENTS DE THEORIE

Quelques définitions :

On appelle coefficient de partage le rapport.

$$K = \frac{\text{POIDS DE VAPEUR PAR UNITE DE VOLUME DE PHASE FIXE (CF)}}{\text{POIDS DE VAPEUR PAR UNITE DE VOLUME DE PHASE MOBILE (CM)}}$$

$$K = \frac{c_f}{c_m}$$

- Temps de rétention(*) (est le temps nécessaire pour qu'un soluté parcour toute la colonne)

$$t_r = V_r / D_s$$

- Volume de rétention

C'est la quantité de gaz vecteur écoulé dans la colonne entre l'entrée du soluté et sa sortie, c'est une caractéristique physique du soluté en question.

Un soluté introduit en tête de colonne en sort après un certain temps suivant un régime de concentration gaussien.

Le chromatogramme étant en général enregistré directement à la sortie de l'appareil on appelle U la vitesse constante de déroulement du papier de l'enregistreur. (Fig 9)

$$V_r = D_s \frac{dr}{U}$$

D_s étant le débit gazeux à la sortie de la colonne et dr/du explicitant le temps de séjour du soluté dans la colonne.

Cette expression de V_r est idéale et suppose que l'introduction du soluté se fait rigoureusement à l'entrée de la colonne et sa détection à la sortie exacte de celle-ci et que la vitesse linéaire U_m du gaz vecteur est la même en tous les points de la colonne.

Ceci n'étant pas réalisé complètement, il faut toujours en pratique appliquer quelque correction aux volumes de rétention mesurés.

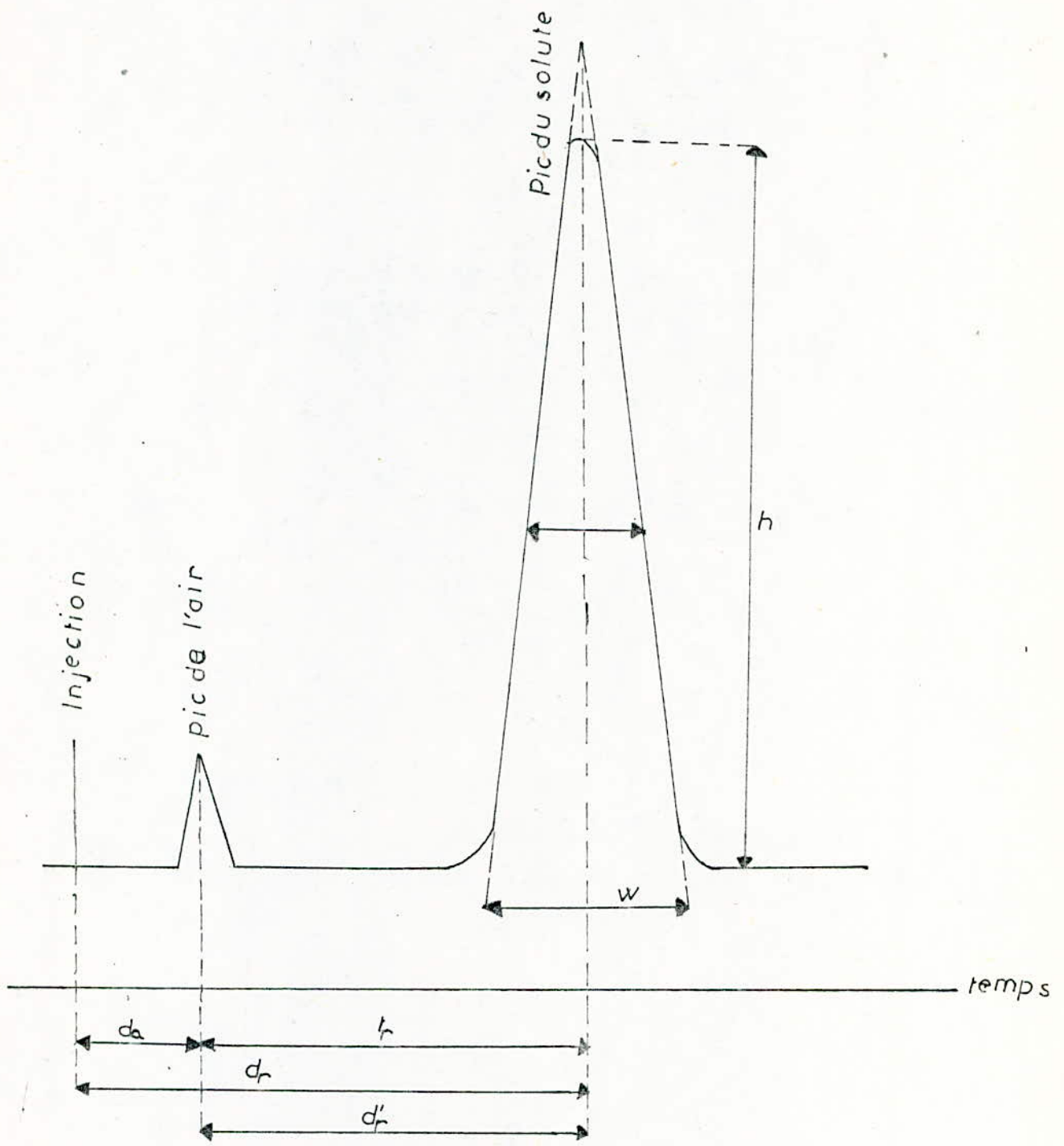
Directement en tenant compte.

a) du volume mort de la colonne qui est exprimé par le volume de rétention de l'air V_a , car l'air ne subit pas de rétention par la phase stationnaire ou définit le volume de rétention réduit V_r .

$$V_r' = V_r - V_a = D_s \frac{dr - da}{U}$$

b) de la variation de vitesse du gaz vecteur en appliquant un coefficient de pente de charge j , on obtient alors le volume de rétention limite V_R^0 et le volume de rétention réduit limite $(V_R^0)'$

$$V_R^0 = j V_r = j D_s \frac{dR}{U}, \quad (V_R^0)' = j V_r' = j D_s \frac{dR - da}{U}$$



CHROMATOGRAMME TYPE

Fig 9

X

Toute augmentation de la température de colonne diminue le volume de rétention d'un soluté déterminé, ceci peut entraîner une mauvaise séparation due à un rapprochement des pics, mais les pics sont plus étroits et mieux dessinés.

V -5 APPAREILLAGE

Un chromatographe se compose principalement d'une chambre d'injection d'une colonne de séparation et d'un système de détection.

a - Gaz vecteur

Le gaz utilisé est un gaz chimiquement inerte qui est choisi suivant le type de détecteur utilisé.

Il faut qu'il soit pur, ou un mélange de gaz contenu dans une bouteille sous pression élevée pour que les résultats soient reproductibles du point quantitatif.

* L'HELIUM : Les différents gaz vecteurs permettent facilement la détection des vapeurs par conductivité thermique, mais coûteux, il est purifié par passage dans un four à haute température renfermant du magnésium, métallique.

* Gaz carbonique

* Hydrogène

* L'Azote

b) Débitmètres

Les débits relativement faibles sont mesurés à l'aide des débitmètres pour cela il existe plusieurs débitmètres.

- Débitmètres à flotteur

- Débitmètres à pression différentielle.

Le débitmètre le plus utilisé est le débitmètre à film de savon, il donne des résultats très précis et peut servir à l'étalonnage de tous les autres débitmètres.

c) Chambre d'injection

L'échantillon à analyser n'est pas introduit directement dans la colonne c'est pourquoi cette dernière est précédée d'une chambre d'injection à température plus élevée pour faciliter l'évaporation des échantillons introduits.

L'introduction des échantillons liquides dans l'appareil se fait en perçant le bouchon en matière plastique surmontant la chambre d'injection, à l'aide de l'aiguille d'une seringue qui doit être rigoureusement étanches tout en étant susceptibles de délivrer des volumes très petits.

d) Colonne

La colonne est l'élément essentiel du chromatographe, car c'est d'elle que dépend le succès des séparations, si l'appareillage est bon et les conditions opératoires convenables, l'analyse ne vaut ce que vaut la colonne.

En sortant de la chambre d'injection, le gaz vecteur pénètre dans la colonne, celui-ci pousse le soluté introduit en tête de colonne en phase vapeur, il s'établit ainsi en chaque point un équilibre entre la fraction de soluté retenue par la phase fixe et celle qui subsiste dans la phase mobile, le soluté va parcourir toute la longueur de la colonne en un temps qui est lié à son coefficient de partage K .

Il existe

1- Colonnes à remplissage ou colonnes traditionnelles

Elles contiennent un marteau en poudre, elle peuvent-être analytiques ou préparatives suivant leur diamètre est petit ou grand.

2- Colonnes capillaires ou colonnes à tube ouvert

Constituées par un tube vide dans lesquelles les parois elles-même servent de support elles peuvent-être remplies ou classiques.

Les données usuelles des colonnes sont résumées dans le tableau suivant.

	A remplissage		Capillaires	
	Analytique	Préparatives	Classiques (tube ouvert)	Remplies I
Diamètre intérieur d	2 à 6 mm	6 à 500 mm	0,1 à 0,5 mm	0,3'
Longueur de colonne Lc	0,5 à 6 m	2 à 6 m	10 à 100 m	0,5 à 50 m
Hauteur équivalente à 1 plateau h	0,5 à 1 mm	1 à 5 mm	0,5 mm	0,5 mm

e - Détecteurs

Le rôle d'un détecteur est de transmettre les profils des courbes d'élution des constituants à la sortie de la colonne de chromatographie.

Le détecteur doit avoir une bonne stabilité, une grande sensibilité et une vitesse rapide pour suivre le changement de composition de l'effluent chromatographique +

Il existe de très nombreux types de détecteurs ; parmi ces derniers nous citons quelques-uns.

1- DETECTEURS DE SENSIBILITE MOYENNE

1-1 Détection par conductibilité thermique, catharomètre

2- DETECTEURS TRES SENSIBLE

2-1 Détecteurs à ionisation argon.

2-2 Détecteurs à capture d'électrons

3- DETECTEUR A IONISATION DE FLAMME

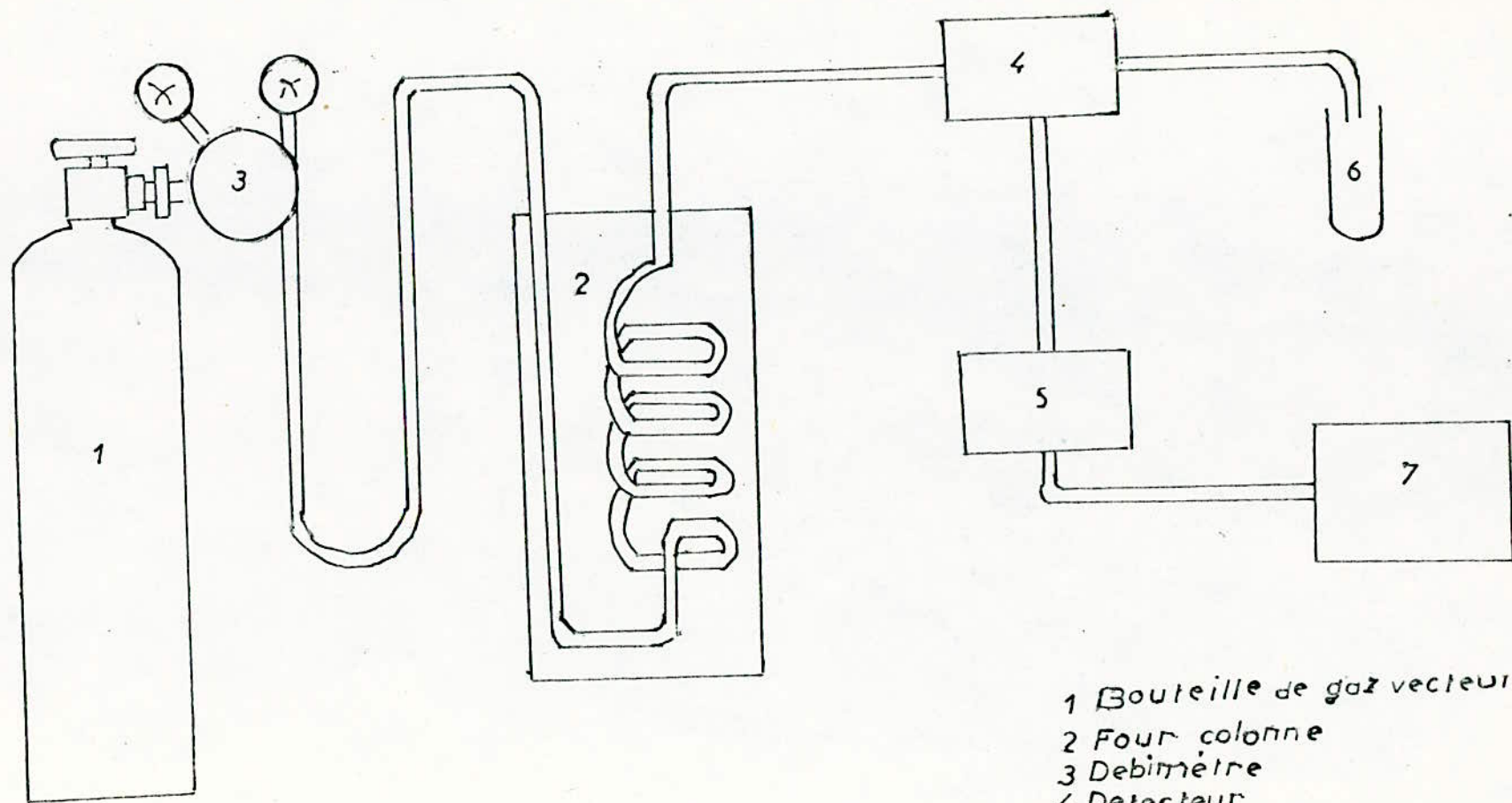
3-1 Principe

Une flamme d'hydrogène brûlant dans l'air produit quelques ions, la présence dans cette flamme d'un produit tel qu'un hydrocarbure augmente considérablement le nombre d'ions. Ce courant d'ions est collecté par une électrode portée à un potentiel de 100 à 300 Volts, il est ensuite amplifié et enregistré.

3-2 Caractéristiques d'un détecteur

- Stabilité
- Reproductibilité
- Fidélité
- Sélectivité
- Temps de réponse court (14).

Fig 10



- 1 Bouteille de gaz vecteur
- 2 Four colonne
- 3 Debimètre
- 4 Detecteur
- 5 Amplificateur
- 6 Piège
- 7 Enregistreur

SCHEMA D'UN CHROMATOCRAPHE

VI - 1 PROPRIETES DE L'ESSENCE (15)

L'essence est un liquide jaune clair, fluide, d'odeur aromatique. Elle donne une solution limpide dans 3 Volume d'alcool à 70cc, miscible à l'alcool à 95cc et au sulfure de carbone presque inactive à la lumière polarisée ou légèrement dextrogyne

- Impure et non rectifiée, elle exhale une odeur désagréable d'ode à la présence d'aldéhydes valériques, caproïques et butyriques

Rendement : feuilles : fraîches

0,8 %
feuilles sèches
1,6 à 3 %

Densité $d_{20^{\circ}}$	Pouvoir rotatoire V_d	Indice de réfraction	Pont d'ébullition
0,910 ÷ 0,930	0, + 15 °	1,457 ÷ 1,469	168° ÷ 180 °

VI - 2 COMPOSITION DE L'HUILE

La première analyse de l'essence d'Eucalyptus a été entreprise en 1870 par Cloez(5), il en retira par distillation fractionnée un corps bouillant à 175° qu'il nomma Eucalyptol.

La faible densité (0,905 au lieu 0,930) ainsi que l'activité optique de cette fraction montre qu'il était encore fortement souillé de terpenes; c'est pourquoi l'analyse élémentaire de Cloez le conduisit à la formule inexacte $C_{12} H_{22} O$.

- Quelques années plus tard soit en 1874 A. FAUST et J. HOMEYER firent l'analyse d'une essence d'Eucalyptus sur la provenance de laquelle ils ne fournissent aucune donnée, le fait que la fraction bouillant à (171° ou 174°) ne renfermait pas d'O₂.

Prouve que leur essence ne pouvait provenir de l'essence de l'Eucalyptus globulus. La composition exacte de l'Eucalyptol soit $C_{10} H_{18} O$ a été reconnue par M.E JAHN qui démontra l'identité de ce corps avec le cinéol, il fit usage de la méthode de M.M.O. Wallach et W. Brass qui consiste à diriger dans l'essence un courant de gaz chlorhydrique pour en isoler le cinéol à l'état pur, le cinéol est le constituant principal de l'essence d'Eucalyptus qu'elle renferme dans la proportion de 60 à 85 %, l'hydrocarbure qui accompagne le cinéol et qu'on désignait jadis par le terme d'Eucalypten n'est autre que le pinéné droit.

M.M.O Wallach et E Gildmeister, en dirigeant un courant de Hcl sec dans la fraction bouillant vers 165° ont obtenu du monochlorhydrique y forment un nitrosochlorure qui bouille avec de la potasse alcoolique, se converti en nitrosopinéné (PF 129°c, à 130c) et, chauffé avec la pipéridine en nitrolpipéridine du pinéné fusible à 116°, d'après une autre observation, il est possible que l'essence de globulus contient encore d'autres terpenes que le pinéné, en effet M.M. Bouchardat et Tardy ont obtenu par action de l'acide formique sur la fraction terpenique bouillant à 156° à 157° du terpinéol, de l'isobornéol et de l'alcool Ferylique, la formation de terpinéol s'explique par la présence du pinéné tandis que celle de l'isobornéol et de l'alcool Fenylique pourraient être dues au camphène ou au fenène.

M.M. Schimmel et Cie ont pu confirmer l'essentiel des observations de M.M. Bouchardat et Tardy mais sans parvenir à retirer d'alcool Fénylique en chauffant à 150° avec de l'acide Benzoïque, une fraction terpenique bouillant à 155°, ils ont toutefois aisement démontré la présence du Camphène dans la fraction bouillant vers 155° ;

L'odeur secondaire et désagréable et piquante de l'essence d'Eucalyptus brute qui provoque la toux est due à plusieurs aldehydes surtout les aldehydes valérianique, butylique et caproïque, outre ces corps on trouve dans la fraction de tête selon M.M.G Bouchardat et Olivier de l'alcool Ethylique et de l'alcool amylique, ainsi que selon M.M. Wallach et Gildemeister des acides gras dont la nature n'est pas encore précisée.

L'alcool amylique Isolé par M.M. Schimmel et Cie bout à 131° après purification par son produit chlorocalcique d'addition, puis forme une phenylurethane, fusible de 52° à 53° et qui n'accuse pas d'abaissement du point de fusion avec celle de l'alcool Isoamylique technique de telle sorte que l'essence renferme évidemment de l'alcool Isoamylique.

M.M. Schimmel et Cie débarrassent de l'eau terpènes, par oxydation à froid au permanganate potassique les éléments de l'essence bouillant vers 140° après quoi ce qui reste de l'essence dégage l'odeur caractéristique de l'acétate d'amyle.

Les éléments de l'essence qui distillent en dessus de 200° sont Levogures et éliminent par la distillation un acide (acide acétique).

Ils contiennent par conséquent un éther. Après Saponification on retire un alcool bouillant à 215° à 220° M. Wallach estime à peine douteux que cet alcool soit la modification optiquement active du pinocarvéol dont il a fait la synthèse, l'alcool purifié par son éther phélatique acide (obtenu en faisant agir l'anhydride phtalique sur la combinaison Sodique de l'alcool en dissolution étherée) marque :

PE = 92,75

$N_{D_{20}} = 1,49630$

L'analyse établit sans doute possible que cet alcool a pour composition $C_{10}H_{15}OH$, sa phényl méthane est séparable en 2 parties dont l'une est fusible de 94° à 95°, l'autre de 82° à 84°, cet alcool forme par Oxydation une cétone $C_{10}H_{14}O$ qui produit deux semicarbazone fusible de 209° à 210° et au-dessus de 300°c. La semicarbazone fusible de 209° à 210° est le produit principal La cétone libre $C_{10}H_{14}O$, offre la plus grande ressemblance avec la pinocarvone tandis que son oxime bout à 140° et se solidifie lorsqu'on la refroidit fortement en une masse formée de cristaux rayonnants dont le point de fusion est beaucoup plus bas que celui de la pinocarvoxime, les divergences sont peut-être dues à ce que l'une de ces oximes serait active alors que l'autre serait inactive.

M.M. Schimmel et Cie ont observé dans la fraction de queue des cristaux qu'on débarrasse de l'essence qui y adhère en les exprimant sur une plaque de biscuit, après les avoir fait recristalliser, dans de l'alcool à 70°, ils se forment des aiguilles presque incolore brillantes fusibles à 88°,5, PE=283° et $(\alpha)_D = -35^{\circ}20'$ en dissolution chloroformique à 12 %.

L'analyse élémentaire donne des chiffres correspondant à un alcool sesquiterpénique $C_{15}H_{25}OH$. En cherchant à acétyler cet alcool par l'anhydride acétique, on obtient un produit qui ne renferme que 5 % d'ether, la plus grande partie de l'alcool se transformant en un Hydrocarbure avec élimination d'eau.

C'est l'acide formique à 90 % qui se prête le mieux à l'élimination d'eau, on obtient alors un mélange d'hydrocarbure dextrogyres et Levogyre. La distillation fractionnée, répétée un grand nombre de fois permet d'isoler deux sesquiterpènes isomères qui traités par la potasse aqueuse et distillés sur du Sodium métallique accusent.

1- SESQUITERPENE LEVOGYRE

Point d'ébullition	Densité à 15 °	Pouvoir rotatoire α_D	Viscosité à 20.°
à 6mm Hg. 102° - 103°	0,8956	- 55°48'	1,4987
à 748 ⁰ mmH _s 247° à 248°			

2 - SESQUITERPENE DEXTROGYRE

Point d'ébullition	Densité à 15°(d)	Pouvoir rotatoire α_D	Viscosité N à 20°
265,°5-266°	0,9236	+ 58°40'	1,50602

L'action d'autres déshydratants tels que, l'acide Sulfurique et le pentoxyde de phosphore, donne également naissance à ces 2 Hydrocarbures bien que leurs proportions soient variables.

L'alcool sesquiterpénique décrit plus haut, ainsi que les sesquiterpènes qui en dérivent ne correspondent par leurs caractères physiques à aucun des isomères connus jusqu'ici.

M.M.F.10 Semmler et E. Tobias proposent pour cet alcool le nom de globulol. A leurs avis il diffère certainement de l'eudesmol au point de vue physique et probablement au point de vue chimique, mais il pourrait exister entre l'Eudesmol et le globulol des relations analogues à celles qu'on constate entre le bornéol et Isobornéol.

M.M. Baker et Smith ont trouvé dans une essence distillée par eux-mêmes du pinène de l'Eudesmol et un Sesquiterpène. Ce dernier provoque la coloration rouge qui apparaît lorsqu'on traite l'essence par l'acide phosphorique (16).

VI - 2-1 DIFFERENTS CONSTITUANTS DE L'HUILE D'EUCALYPTUS
GLOBULUS D'ESPAGNE

L'étude de l'essence d'Eucalyptus globulus d'Espagne a montré l'existence des composés suivants . ()

! a-Monoterpenes	! Sesquiterpenes	! Alcools	! Aldehydes
! - Alphapinène	! Aromadendrene	! Ethanol	! Caproïque
! - Camphene	! Allo aromadendrene	! Linalool	! Kytylique
! - Beta pinène	! Gamma Cadinènes	! Isopinocampheol	
! - Limonène	! Delta Cadinènes	! Alpha terpinéol	
! - Peymène		! Transcorvéol	
! - Alpha terpinène		! Peymenal	
! - Phellaudrène		! Globulol	
! - Terpinène		! Eudesmal	
! - Mycene		! Ledol	
! - 1,8 cincol.			

L'analyse chromatographique de l'essence d'Eucalyptus globulus d'Espagne a donné les pourcentages suivants.

a - HYDROCARBURE ALIPHATIQUE

- (0,76%)

b. - ALDEHYDES ALIPHATIQUE

(0,15%)

c - MONOTERPENES

(21,15%)

- α - pinène	14,73	
- Camphène	0,14	
- β - pinène	0,35	
- Myrcène	0,04	
- Pinadiène	0,07	
- α Phéllandréne		0,31
- β Symène	1,87	
- δ Terpinène	0,15	

1 - MONOTERPINEOL ETHERS

66,12%

1,8 Cinéol

2 - MONOTERPENE ALCOOL

4,00%

Fenchol 0,10

Pinocarveol 2,64

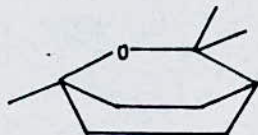
Vernal 0,04

α , δ Terpénéol 0,44

Bornéol 0,08

VI - 3 PROPRIETES PHYSIQUES DES CONSTITUANTS DE L'HUILE

1 - Cinéol



Le cinéol est l'ether oxyde interne correspondant à la terpisie, il se trouve dans l'eucalyptus globulus à 80% (codex 1937), c'est un liquide mobile, incolore, d'odeur rappelant à la fois à la menthe et le camphre.

.../...

DENSITE	TEMPERATURE D'EBULLITION	TEMPERATURE DE FUSION
0,923		
$\frac{0}{0}$	176°C	+1°C
0,926		

Fortement refroidi, il se solidifie en une masse cristalline fusible à +1°

Soluble, l'ether, le chloforme, le sulfure de carbone, l'acide acétique cristallisable, l'essence térébenthine et les huiles grasses, sa solution alcoolique est inerte aux réactifs colorés, et il est inactif à la lumière polarisée, avec l'acide phosphorique il se forme une combinaison moléculaire cristallisée $C_{10}H_{18}O P_{04}H_3$, réaction utilisée par son dosage dans l'essence, donne une combinaison soluble avec la résorcine en solution concentrée en mouillant avec le Cineol les parois d'un tube à essai que l'on expose aux vapeurs de brome, on obtient des aiguilles cristallines de couleur brique (2)

2 - PINENE



on l'appelle aussi térébenthine c'est le plus abondant des terpènes. Il existe sous 2 modification, dextrogyre et levogyre point d'ebullition est de 155 156°, $D_{20} = 0,858$, $D = 43°,4'$

3 - CAMPHENE

Fond à 50° et bout à 160°, il possède comme le pinène une seule double liaison, mais résiste mieux que lui à la destruction de son noyau interne.

Son pouvoir rotatoire est $\alpha_D = \pm 80°$

4 - BORNEOL

C'est un alcool secondaire intéressant parce que par oxydation il donne l'acétone correspondante qui n'est autre que le camphre.

.../...

5- LIMONENE



Le limone ne bout à 175° - 176°

α_D^{25} , 361

à l'état pur, il possède l'odeur de mandarine et non de citron / 3 /

VII - 3 - APPLICATION.

L'Eucalyptus est utilisé sous forme d'une fusion (feuilles), sous forme d'inhalation (feuilles, huiles essentielles) et également par voie orale sous forme d'huile essentielle généralement associées à d'autres essences.

L'action physiologique de l'essence se manifeste sous différentes formes :

antiseptique général, notamment des voies respiratoires et des voies urinaires, antirhumatismal, bactéricide,.

A ces divers titres, il est surtout utilisé dans les affections contagieuses et pulmonaires, on l'emploie contre l'asthme, la grippe et pour combattre la fièvre.

En métallurgie, l'huile essentielle est utilisée pour flottation des minerais.

PARTIE
EXPERIMENTALE

I-APPAREILLAGE ET MODE OPERATOIRE /

A-Extraction

/_l'appareillage en verre comprend les parties suivantes:

- Deux ballons de deux litres sont chauffés pour produire de la vapeur (figure 11)
Ces ballons sont fermés de bouchons de deux trous, dans l'un est insère un tube de verre plongeant dans l'eau et servant à prévenir toute surpression pouvant se créer à l'intérieur du système, l'autre ouverture assure le passage de la vapeur d'eau dans le mélange réactionnel.
- Un ballon de quatre litres à quatre orifices, trois pour l'entrée de la vapeur d'eau et un pour la sortie de la vapeur (chargée d'huile) contenant la matière végétale.

Ce ballon est suivi d'un réfrigérant où les vapeurs chargées d'huile sont totalement condensées, le condensat est ainsi recueilli dans un collecteur pour la distillation à la vapeur, nous portons à ébullition l'eau constituant la source de vapeur sans la relier au ballon contenant la matière végétale. Dès que l'ébullition commence, nous branchons la source de vapeur au ballon de distillation.

L'entraînement continu jusqu'à ce que les gouttelettes condensées ne contiennent plus d'huile à leur surface c'est à dire le condensat devient limpide. l'huile essentielle (phase sur nageante) est séparée de l'eau par simple décantation

Les trois ballons sont calorifugés avec de l'amiante, pour éviter la perte de chaleur qui est due à l'existence d'un gradient de température résultant de la différence de température entre le bas des ballons (où il y'a naissance des vapeurs) et le haut de ces mêmes ballons.

Au cours des premières expériences, nous avons obtenu un très faible rendement en huile, pour remédier à ça, nous avons placé des tuyaux en caoutchouc à l'extrémité des tubes en verre du ballon de distillation pour qu'il y ait une meilleure distribution de vapeur.

B-Analyse chromatographique

Les analyses en CPC ont été effectuées sur un chromatographe de type Pye UNICAM serie 304 de marque phillips, muni d'une detection à ionisation de flamme, cet appareil est équipé de deux colonnes placées en parallèle.

Nous avons effectuée les analyses sur 2 colonnes différentes, une colonne de verre avec la phase stationnaire SE 30 et une autre colonne de caractéristiques 12824/10W/PEG20M/24631/

Nous avons remarqué que la séparation était meilleur avec la deuxième colonne, sur cette dernière plusieurs essais ont été effectués afin de trouver les conditions opératoires.

Les températures de la colonne utilisées sont 100°C, 130°, 150°C et à différentes atténuation: 64, 128, 512

Nous avons opté pour une température de 150°C et une atténuation de 64.

.../...

.../...

CONDITIONS OPERATOIRES DU CHROMATOGRAPHE

Colonne verre: de diametre interieur 4mm	Vitesse du papier 0,5
phase estalonnaire: 10% polyethylene Glycol 20000	ATT64
Gaz vecteur : azote	Support Inerte: Diatomite C
Débit : 30 ml /Mn	chromosorts W non traite
température injecteur 170°C	AW -DMCS
Detecteur ionisation de flamme	Granulometrie 100-120 mesh
température du detecteur 200°C	
debit hydrogene 33ml /mn	
debit azote 300 ml/Mn	
température colonne 150°C	
volume injecte 0,1	

-Mise en route de l'appareil:

Les 2 colonnes étant placées en parallèle, l'appareil est ainsi mis en marche nous programmons les temperatures de la colonne, de l'injecteur et du detecteur. une fois les temperatures atteintes nous ouvrons la bouteille du gaz vecteur les debits des 2 colonnes sont ainsi régles , ensuite nous réglons les debits l'un après l'autre de l'hydrogene et de l'air.

Les débits ont été mesurés de la façon suivante.

A l'aide du débitmètre à film de savon, nous appuyons sur la capsule de caoutchouc qui renferme une solution moussante, faisant ainsi naître un film de savon qui se déplace sous l'action du gaz vecteur.

Lorsque ce film passe devant le repère 0, nous déclenchons le chronomètre, pour l'arrêter lorsque le film passe devant le repère supérieur.

-Si le volume entre les 2 repères est par exemple de 5ml et si le temps mis par le film pour couvrir la burette est de 10 seconde le débit du gaz sera

$$\text{debit} = \frac{5 \times 60}{10} = 30 \text{ ml /mn}$$

et si le temps est de 1,5 s

$$\text{debit} = \frac{10 \times 60}{1,5} = 400 \text{ ml /mn}$$

Une fois les débits mesurés nous allumons la flamme, l'intégrateur électronique est ainsi mis en marche, nous réglons le niveau de la ligne de base qui est égal de 1000 ± 2, et le PT égal qui doit être compris entre 20 et 500 afin d'éliminer les bruits de fond.

La solution à analyser est introduite dans la colonne choisie à

.../...

.../...

l'aide d'une microsiringue de 5 ul dans un injecteur a septum, juste après l'injection nous appuyons sur la touche Rvn du chromatographe et sur la touche (inj A) de l'intégrateur afin de déclencher l'enregistrement du chromatogramme .

II-Matière première:

Les expériences ont été réalisées avec des feuilles adultes et jeunes d'encalyptus globulus qui provenaient de 3 plantations différentes.

L'Une a El Allia les deux autres à BEN-AKNOUN (endroits différents) les feuilles utilisées ont été coupées en morceaux, et d'autres ont été séchées.

Après chaque distillation nous avons déterminé les propriétés physique, ainsi que la composition de l'essence extraite .

a) Les propriétés physiques déterminées :

La densité a été déterminée à l'aide d'un picnomètre à une température de 20°C

-Indice de réfraction

L'indice de réfraction a été déterminé à l'aide d'un réfractomètre à 20°C

-Pouvoir rotatoire

Le pouvoir rotatoire de l'huile a été déterminée (après dilution de l'huile dans le chloroforme, qui n'a aucune influence sur la déviation de la lumière) avec un polarimètre .

b) Mesure du débit de la vapeur d'eau:

Après condensation totale des vapeurs et en connaissant la pression et la température nous avons calculé le débit volumique du condensat qui peut être considéré comme débit massique de la vapeur d'eau car le condensat est constitué de 99% en volume d'eau

c) Calcul du rendement

1-de l'huile essentielle

Le rendement est calculé à partir de la formule suivante

Le rapport est un rapport du poids

$$R \% = \frac{\text{masse de l'huile extraite}}{\text{masse de la charge}} \times 100$$

d) Identification des Pics

L'étude des chromatogrammes est basée sur 2 méthodes:

.../...

.../...

1-Méthode d'analyse des étalons:

Elle consiste à analyser l'huile et les étalons, et de comparer les temps de retention dans les mêmes conditions c'est une méthode simple et concluente

2-Méthode des rajouts:

Elle consiste a ajouter une certaine quantité d'un échantillon pur dans l'huile et voir si l'un des pics augmente, nous dirons alors qu'il s'agit de l'étalon introduit .

Parchemin



L.A.P.

--- RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION ---

1-EXISTENCE DES HUILES ESSENTIELLES DANS LES DIFFERENTES PARTIES DE LA
PLANTE D'EUCALYPTUS GLOBULUS :

Plusieurs experiences ont été réalisées pour mettre en évidence l'existence des huiles essentielles dans les différentes parties de la plante et voir l'influence de chaque partie sur le rendement et la composition de l'huile essentielle.

Pour cela, nous avons distillé des feuilles fraîches coupées, des tiges coupées et des bourgeons floraux broyés .

-LES RESULTATS DE CES EXPERIENCES Sont donnés par le tableau suivant.

TABLEAU N°1 Resultats des différentes distillations avec un débit de vapeur d'eau moyen de 3710^{-2} ml /S

Dif-ferentes parties	Masse de la charge	Durée de distillation (S)	Volume distillat (ml)	Volume d'huile (ml)	Masse d'huile (g)	indice de refraction à 20°C	Pouvoir rotatoire à 15°C	densité à 20°C
Feuil-les fraîches	500	6900	2553	4,15	3,80	1,4635	+0,09	0,915
Tiges	710	5135	1900	1,5	1,39	1,4778	-0,17	0,927
Bourgeons	500	5400	1998	0,3	/	/	/	/

L'ETUDE Chromatographique Nous a permis de mettre en évidence la composition de l'huile .

L'identification des différents pics a été basée sur la comparaison des temps de rétention des étalons avec ceux des pics de l'huile. D'où nous avons pu identifier 10 constituants ,

cinéol, K pinène; B pinène , P cymène , camphre , X phelandrène, L terpinol, alcool éthylique , limonène , camphène .

En ce qui concerne les autres pics , nous n'avons pas pu les identifier vu le manque d'étalons. Mais, pour le pic qui sort à un temps de 0,85 un correspond à l'acétone qui est dûe au rinçage de la seringue, et celui qui sort à 10,18 mn, nous pensons que c'est le globulol car d'après la théorie,

.../...

le globulol vient en troisième position. Résultats de l'analyse chromatographique après identification des pics des chromatogrammes n°1,2,3 (figures 12,13,14)

TABLEAU N°2 Composition de l'huile des feuilles fraîches
(Figure 12)

N° DU PIC	TEMPS DE RETENTION (MN)	COMPOSES IDENTIFIES	COMPOSITION
1	0,82	acétone	0,258
2	1,07	Alcool ethylique	0,022
3	1,27	Pinène	23,914
4	1,44	Camphène	0,290
5	1,64	Pinène	0,773
6	2,18	Cinéol	52,92
7	2,52	Cynene	3,834
15	10,09	Globulol	8,609
16	11,33	Terpineol	0,594

READY

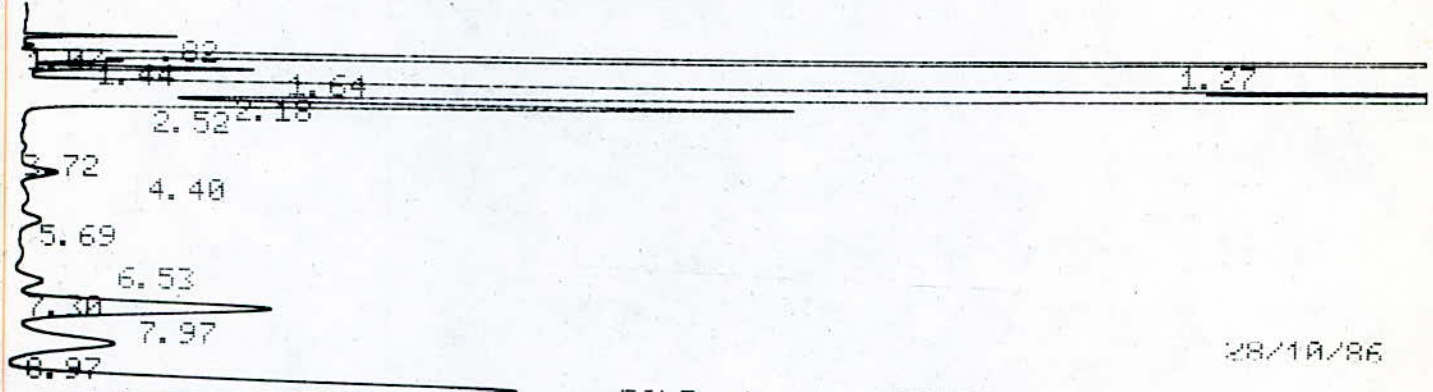
DATE " 28/10/86

TIME " "10/30/35"

1758 1732 1540 1736 1639 1722 1719 1535 1633 1629 1531 1274
1199 1077 1025 1007 999 998 1006

PT EVAL:
PT= 2761.
PT EVAL:
PT= 845.
PT EVAL:
PT= 229.
AT= 64
CS= 0.5

CHANNEL A INJECT 28/10/86 00:05:38



FILE	1.	METHOD	0.	RUN	1
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC	
1	0.258	0.82	37253	01	
2	0.022	1.07	3164	02	
3	23.914	1.27	3452863	02	
4	0.29	1.44	41805	02	
5	0.773	1.64	111560	03	
6	52.92	2.18	7641120	02	
7	3.834	2.52	553644	03	
8	0.03	3.72	4291	01	
9	0.229	4.4	33089	01	
10	0.206	5.69	29728	01	
11	0.077	6.53	11122	02	
12	0.327	7.3	47179	02	
13	3.469	7.97	500827	02	
14	1.731	8.97	249890	02	
15	8.609	10.09	1243002	02	
16	0.594	11.33	85766	02	
17	0.452	11.72	65248	02	
18	0.392	13.32	56576	03	
19	1.157	16.71	167117	01	
20	0.134	19.24	19358	01	
21	0.584	23.75	84265	01	
TOTAL	100.		14438867		

Fig N° :12
 Chromatogramme de l'huile des feuilles fraiches

TABLEAU N°3 Composition de l'huile des tiges
(Figure 13)

N° D'ÉLÉMENT	TEMPS DE RETENTION (Min)	COMPOSÉS IDENTIFIÉS	COMPOSITIONS
2	0,81	acetone	0,040
3	0,95	alcool Ethylique	0,018
4	1,21	Pinène	16,065
5	1,54	Camphène	0,576
6	1,73	Pinène	0,187
7	1,89	Phelandrene	2,588
8	2,06	Limonène	45,013
9	2,36	Cineol	6,474
10	3,01	Pinène	0,015
16	6,92	Terpinol	0,409
19	9,48	Globulol	5,958
20	10,84	Terpinol	1,539

TABLEAU N°4 Composition de l'huile des bourgeons floraux
(Figure 14)

N° D'ÉLÉMENT	TEMPS DE RETENTION ()	COMPOSÉ IDENTIFIÉS	COMPOSITION
1	0,83	Acetone	1,601
2	1,07	Alcool ethylique	0,181
3	1,28	Pinene	0,574
4	1,47	Camplene	0,044
5	1,66	Pinène	0,141
6	1,86	Phelandrène	0,935
8	2,05	Limonène	0,712
9	2,20	Cincol	4,612
13	4,92	Ester de C ₆	0,415
16	6,76	Camphre	10,518
19	9,11	?	49,85
20	10,42	Terpinol	

857 918 969 1012 1004

PT EVAL:

PT= 173.

PT= 173.

AT= 64

CS= 0.55

.R FAULT 6: AT 2190

CS= 0.5

CHANNEL A INJECT 16/11/86 00:50:25

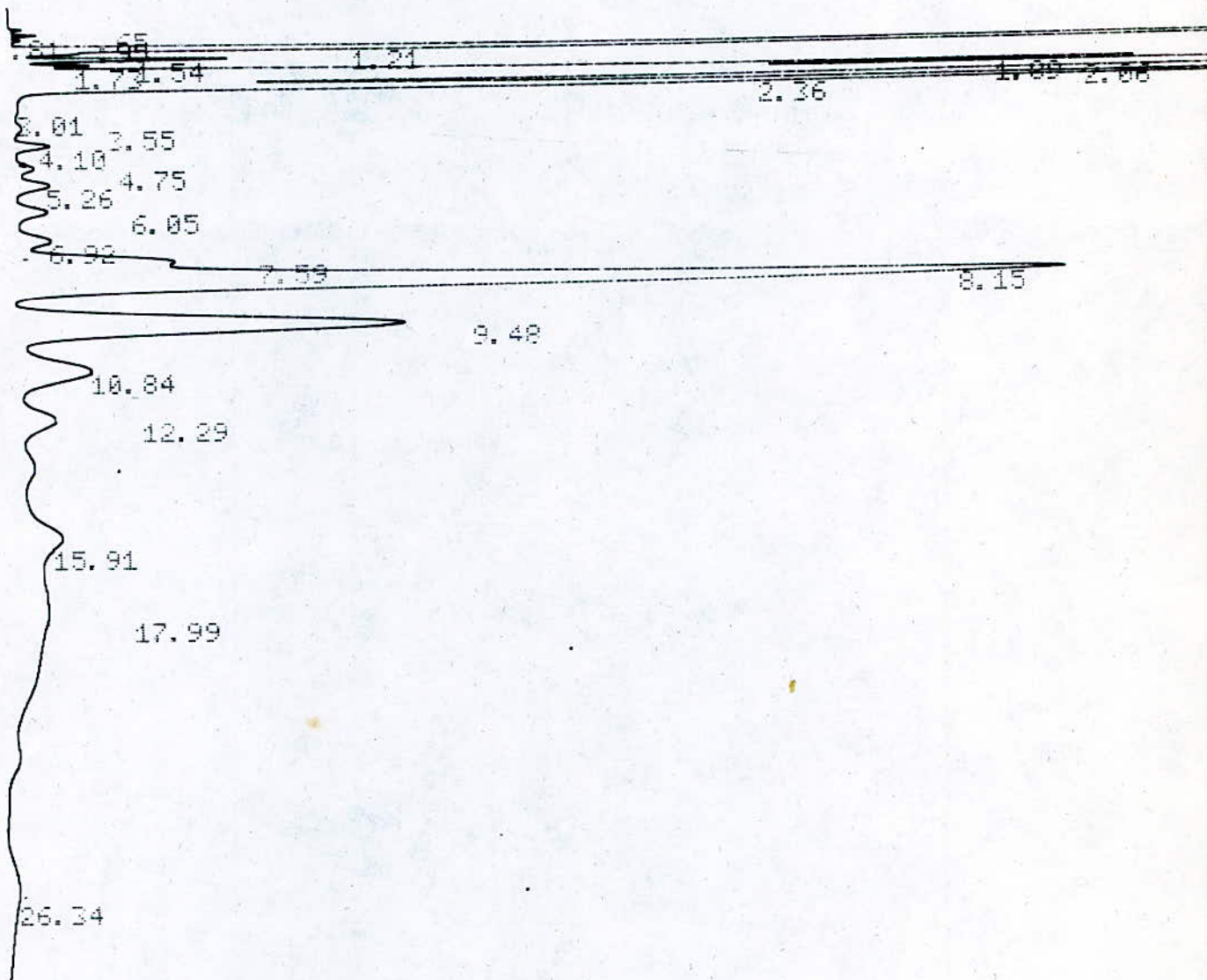


Fig N° :13
Chromatogramme(2) de l'huile des tiges

DATE " 28/10/86

TIME " "12/45/35"

1329 147 76 223 452 617 813 952 1050 1042 1037 1032

1031 1025 1015 1013 1012 1010 1010 1007 1004

PT EVAL:

PT= 369.

CHANNEL A INJECT 28/10/86 00:02:55

.A FAULT 6: AT 2190

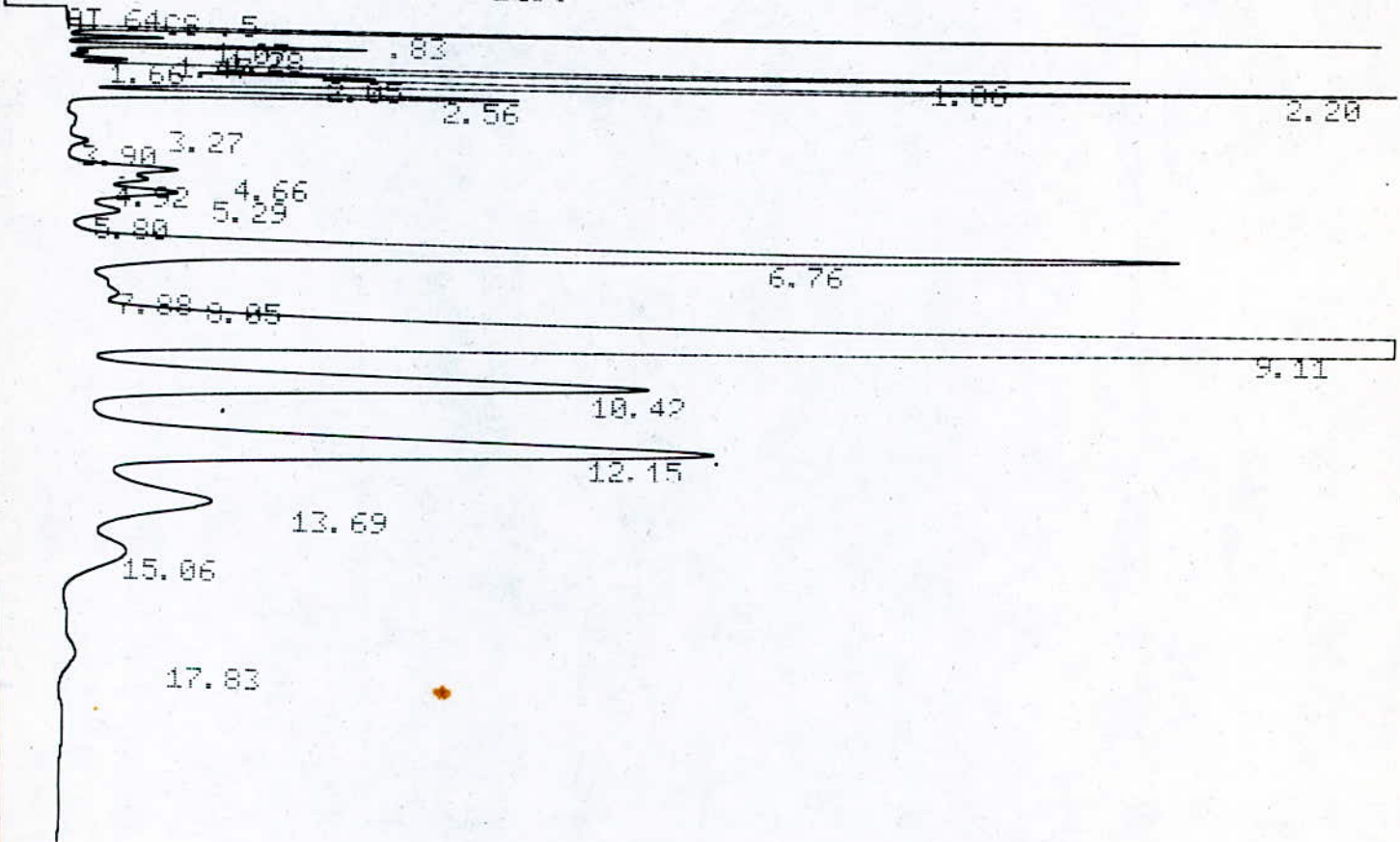


Fig N° :14
Chromatogramme(s) de l'huile
des bourgeons broyés

28/10/86

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	1
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC	
1	1.601	0.83	341935	02	
2	0.181	1.07	38572	02	
3	0.574	1.28	122502	02	
4	0.044	1.47	9292	02	
5	0.141	1.66	30154	02	
6	2.835	1.86	605386	02	
7	0.712	2.05	152006	02	
8	4.613	2.2	985114	02	
9	1.715	2.56	366261	03	
10	0.08	3.27	17036	02	
11	0.107	3.9	22801	03	
12	0.764	4.66	163183	02	
13	0.415	4.92	88530	02	
14	0.842	5.29	179865	02	
15	0.44	5.8	93963	02	
16	10.518	6.76	2246390	02	
17	0.369	7.08	78797	02	
18	0.481	8.05	102688	02	
19	49.95	9.11	10667707	02	
20	7.782	10.42	1661960	02	
21	10.659	12.15	2276515	02	
22	2.586	13.69	765799	02	
23	1.352	15.06	288766	03	
24	0.242	17.83	51588	01	
TOTAL	100.		21356810		

Tableau
de la
Fig No 14

16/11/86 B

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	1
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC	
1	0.017	0.65	3487	02	
2	0.04	0.81	8296	02	
3	0.018	0.95	3743	02	
4	16.065	1.21	3368998	02	
5	0.576	1.54	120776	02	
6	0.197	1.73	39234	02	
7	2.598	1.89	542687	02	
8	45.013	2.06	9439588	02	
9	6.474	2.36	1357735	03	
10	0.015	3.01	3102	01	
11	0.055	3.55	11619	02	
12	0.212	4.1	44561	02	
13	0.17	4.75	35755	02	
14	0.341	5.26	71483	02	
15	0.347	6.05	72682	02	
16	0.409	6.92	85700	02	
17	1.55	7.59	325146	02	
18	13.177	8.15	2763275	02	
19	5.958	9.48	1249548	02	
20	1.539	10.04	322844	02	
21	0.889	12.29	186474	03	
22	1.334	15.91	279824	02	
23	2.42	17.99	507489	03	
24	0.685	26.34	126842	01	

Tableau
de la
Fig No 13

-DISCUSSION:

D'après ces résultats, nous constatons que la composition et les proportions des composés de l'huile varient suivant les différentes parties de la plante .

Pour les feuilles, le plus grand pic correspond au cineol dont le pourcentage est donné par le tableau n°2 par contre pour les tiges, nous trouvons le limonène qui domine, en ce qui concerne les bourgeons, le grand pourcentage est donné par le pic dont le temps de rétention est de 9,11mn qui n'a pas été identifié vu le manque d'étalons mais le pourcentage en cineol est faible .

Nous avons remarqué aussi que le temps de rétention ne prend pas une valeur fixe, mais il varie d'un chromatogramme à un autre le temps de rétention dépend de plusieurs paramètres: débit de gaz vecteur, température de colonne, de la phase stationnaire, de la pression d'entrée et de la pression de sortie de la colonne qui est égale à la pression atmosphérique comme toutes les analyses ont été faites dans les mêmes conditions opératoires (température de colonne, phase stationnaire) donc les seuls paramètres responsables de cette variation sont:

La fixation du débit de gaz vecteur qui dépend du manipulateur, et de la pression atmosphérique donc le temps de rétention de chaque étalon est donné par un intervalle puisque les analyses n'ont pas été faites le même jour par exemple pour deux journées différentes, nous avons obtenu les valeurs suivantes:

TABLEAU N° 5 : Valeurs des temps de rétention des étalons

Date	Temps de rétention (Mn)	Nom de l'étalon	%
11/11/86	2,19	Cinéol	99,487
01/12/86	2,22	Cinéol	99,079
11/11/86	1,25	Pinène	99,427
16/11/86	1,19	Pinène	99,243
17/11/86	1,64	Pinène	86,953
16/11/86	1,50	Pinène	81,555
09/11/86	2,03	Limonène	27,049
16/11/86	2,00	Limonène	
01/12/86	1,82	Phelandrène	98,664
16/11/86	,15	Phelandrène	54,429
01/12/86	1,48	Camphène	97,158
16/11/86	1,59	Camphène	82,107
01/12/86	2,63	P.Cymène	98,045
16/12/86	2,56	P.Cymène	97,425
1/12/86	5,72	L'aldehy de C10	98,837
11/11/86	7,49	l'ester metylique de l'acide caprique (C10)	99,154
9/11/86	3,54	L'ester metylique l'acide caprylique	98,503
24/11/86	0,96	L'ethanol	99,962
1/11/86	6,62	Camphène	67,677

et nous pouvons affirmer que l'huile essentielle d'Eucalyptus globulus ne renferme pas les composés suivants :

Camphre, l'aldehyde C₁₀, l'ester métylique de l'acide caprylique, l'ester métylique de l'acide caprique C₁₀.

Pour mieux confirmer cet écart des temps de rétention nous avons fait la méthode des rajouts, dont les chromatogrammes du (cineol + huile) et du (Terpineol + huile) sont donnés en annexe, avec quelques chromatogrammes des étalons.

voir fig : (1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17).

Pour conclure nous dressons le tableau suivant qui englobe le rendement en huile et le pourcentage en cineol

Tableau n° 6 / : Rendement en huile et pourcentage en cineol pour les différentes parties de la plante

Différentes parties	Rendement en huile %	Pourcentage en cineol
Feuilles fraiche	0,76	52,920
Tiges	0,20	6,474
Bourgeons	négligeable	4,612

du point de vue rendement en huile, nous remarquons que la meilleure valeur est obtenue pour la distillation des feuilles qui a donné le meilleur pourcentage en cinéol pour cette raison, nous nous sommes intéressés à l'extraction des huiles essentielles des feuilles dont le but est d'extraire le cineol qui est utilisé comme un antiseptique.

2- Variation du rendement et de la composition suivant le lieu d'origine des feuilles.

Les proportions des composés des huiles essentielles varient dans des limites très grandes suivant le lieu d'origine, la nature du sol ...

Cette variation influe sur le rendement en huile et sur ses caractéristiques

Pour affirmer cette hypothèse, nous avons fait des expériences sur des feuilles fraîches coupées provenant de 2 endroits différents :

- El - Allia
- Ben-Aknoun (2 plantations différentes)

Les résultats de ces expériences sont regroupés dans le tableau suivant :

la masse de chacune des charges est de 500g

le débit de vapeur d'eau moyen est de 3710 ml/S

Tableau N° 7 : Résultats des différentes distillations

Lieu d'origine	durée distillation	volume du distillat (ml)	volume d'huile (ml)	masse d'huile (g)	indice de refraction	pouvoir rotatoire à 15°	densité à 20°C
El-Allia	5400	1998	3,20	2,96	1,4677	+ 0,46	0,925
Ben-Aknoun N° 1	6900	2553	4,15	3,80	1,4635	+ 0,09	0,915
Ben-Aknoun N° 2	6913	2557	3,00	2,80	1,4712	+ 0,14	0,929

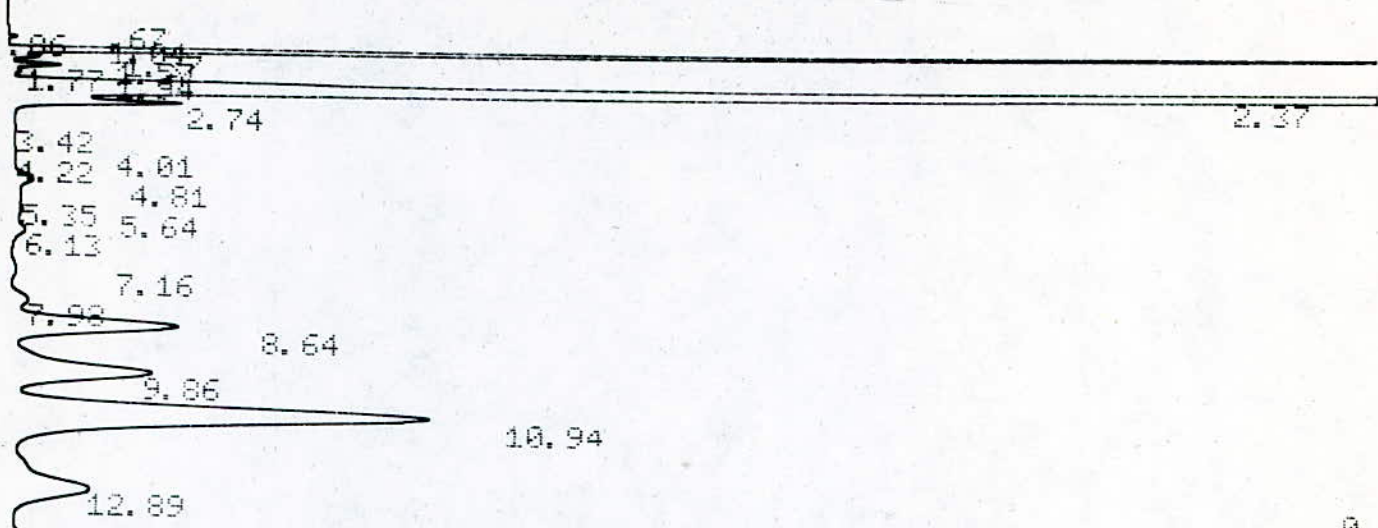
- l'Etude chromatographique : Résultats de ces analyses après identification des pics des chromatogrammes n° 4, 1, 5 (figures 15,12,16).

Tableau n° 8 : Composition de l'huile des feuilles d'El-Alia
figure 15)

du N° pic	temps de retention (mn)	composés identifiés	composition (%)
2	0,86	Acétone	0,008
4	1,37	α Pinène	6,538
5	1,57	Camphène	0,121
6	1,77	β Pinène	0,234
7	1,94	α Phelandrène	0,061
8	2,37	Cineol	65,993
9	2,74	Cymène	2,097
20	9,86	Globulol	2,973
21	10,94	α Terpineol	8,757

Tableau n°9 : Composition de l'huile des feuilles de Ben-Aknoun n°2
(Figure 16).

du N° Pic	temps de retention (mn)	composés identifiés	composition (%)
2	0,79	Acétone	0,029
3	0,95	Alcool éthylique	0,023
4	1,28	α Pinène	4,427
5	1,47	Camphène	0,084
6	1,67	β Pinène	0,205
7	1,83	α Phelandrène	0,011
8	1,93	Limonène	0,012
9	2,25	Cineol	75,868
10	2,60	Cymène	1,602
	10,41	α Terpineol	3,916
	9,53	Globulol	1,147



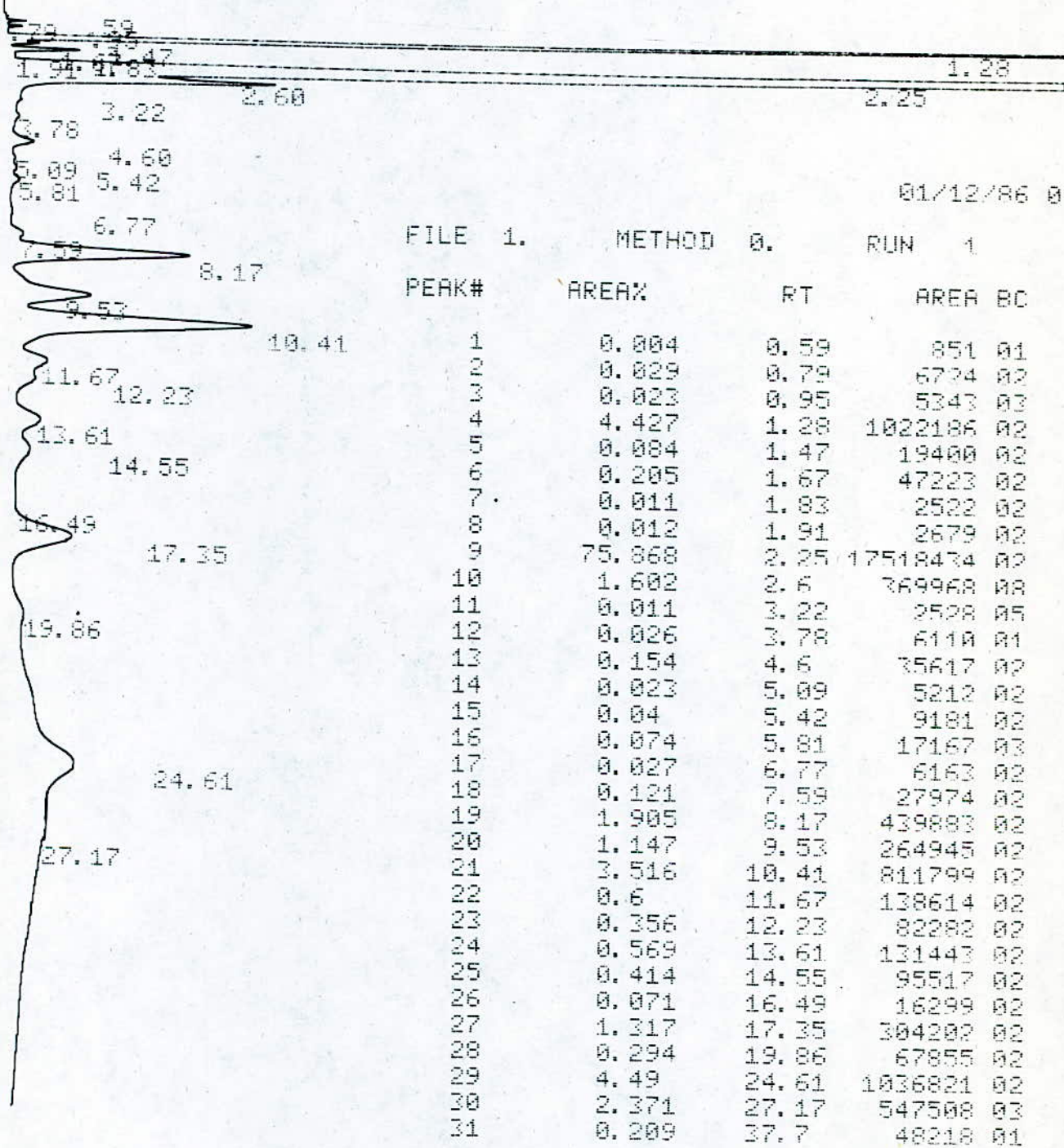
FILE	1.	METHOD	0.	RUN	2
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC	
1	0.002	0.67	426	02	
2	0.005	0.86	1324	02	
3	0.024	1.04	6572	02	
4	5.538	1.37	1767887	02	
5	0.121	1.57	32686	02	
6	0.234	1.77	63339	02	
7	0.061	1.94	16482	02	
8	65.993	2.37	17844363	02	
9	2.097	2.74	566901	08	
10	0.026	3.42	6902	05	
11	0.035	4.01	9579	06	
12	0.018	4.22	4919	06	
13	0.323	4.81	87239	06	
14	0.116	5.35	31344	06	
15	0.108	5.64	29272	06	
16	0.206	6.13	55576	06	
17	0.082	7.16	22259	06	
18	0.131	7.98	35389	06	
19	2.736	8.64	739862	02	
20	2.973	9.86	803983	02	
21	8.757	10.94	2367765	02	
22	2.356	12.89	637024	02	
23	0.769	14.42	208063	02	
24	2.663	16.83	720067	02	
25	2.007	18.14	542753	02	
26	0.261	20.81	70697	02	
27	0.357	23.49	96514	02	
28	0.98	25.81	265000	03	
29	0.02	31.24	5425	01	

Fig No : 15
 Chromatogramme de l'huile des feuilles
 "d'El Alia"

READY
 DATE " 1/12/86
 TIME " "11/15/25"

564 656 772 853 919 959 990 999 1001 1004
 PT EVAL:
 PT=-6136783.
 PT EVAL:
 PT= 627335.
 PT EVAL:
 PT= 69.
 AT= 64
 CS= 0.5

CHANNEL A INJECT 01/12/86 00:09:29



TOTAL 100. 23090668

Fig No :16
 Chromatogramme (5)

Tableau n° 2 : Composition de l'huile des feuilles de Ben-Aknoun n° 1 (Figure 12).

Discussion :

D'après ces tableaux, nous remarquons que les proportions de la composition varient d'une plantation à l'autre, ce qui confirme la littérature.

Pour les feuilles de Ben-Aknoun n° 1 : le grand pic correspond au cineol, le deuxième au pinène et le troisième au globulol, par contre pour les feuilles de Ben-Aknoun n° 2 : le grand pic correspond au cineol, le deuxième au pinène et le troisième au terpineol, tandis que pour les feuilles d'El-Alia le grand pic correspond au cineol, le deuxième au terpineol et le troisième au pinène.

Donc nous dirons que le cineol est toujours le plus abondant dans l'huile essentielle quelque soit la plantation des feuilles d'Eucalyptus.

Mais nous constatons aussi la manque des pics de l'alcool stylique et du limonène pour les feuilles d'El-Alia, le limonène et le phelandrène pour les feuilles de Ben-Aknoun n°1 alors la composition de l'huile des feuilles de Ben-Aknoun n°2 est plus complète que les 2 autres

Pour conclure nous dressons le tableau suivant :

Tableau N° 10 : Rendement en huile et le pourcentage en cineol pour les différentes plantations.

! Différentes planta- ! tions	! Rendement ! en huile (%)	! Pourcentage ! en cineol
! El-Alia	! 0,60	! 65,995
! Ben-Aknoun N°1	! 0,76	! 52,912
! Ben-Aknoun N° 2	! 0,57	! 75,868

.../...

En ce qui concerne le rendement en huile, nous obtenons le meilleur rendement en huile pour les feuilles de BEN-AKNOUN N°1 qui ne correspond pas au pourcentage maximum en cinéol .

Et nous remarquons aussi aussi que le pourcentage en cinéol varie proportionnellement avec la densité et inversement proportionnel au pouvoir rotatoire, dont ces deux remarques sont affirmées par la théorie(3)

Pour la suite du travail, nous choisirons les feuilles de BEN-AKNOUN N°1 puisque nous nous sommes intéressés à l'optimisation du rendement en huile et non au pourcentage en cinéol, qui vient en deuxième lieu

3-Influence de l'état sur le rendement et la composition de l'huile

3-1: Sechage:

Pour étudier l'influence du sechage: nous avons choisi trois endroits différents où nous avons mis les feuilles fraîches:

- à l'etuve à 105°C (échantillon n°1)
- à l'aire libre et à l'abri du soleil (dans le laboratoire, échantillon n°2)
- Dans un dessiccateur (où il n'y a pas une grande circulation d'air , échantillon n°3)

Une fois la perte en poids était constante, nous avons pris 500g de chaque échantillon que nous avons distillé avec un débit volumique de la vapeur d'eau de $37 \cdot 10^{-2}$ ml /S

-Les Resultats obtenus: Sont donnés par le tableau suivant :

Tableau n° 11 /

échan- tillons	perte en poids%	Durée de distilla- tion (S)	Volume du disti. (ml)	Volume du disti. (ml)	masse d'huile (g)	Indice de refrac- tion à 20°C	Pouvoir rotatoire à 15°C	densité à 20°C
N° 1	40,0	10 800	2,5	3996	2,36	1,4742	+ 0,70	0,945
N° 2	33,5	11 810	3,4	4369	3,23	1,4700	+ 0,10	0,949
N° 3	36,1	7297	5,7	2700	5,41	1,4728	+ 0,42	0,949

- L'étude chromatographique : /_es résultats de ces analyses après identifications des pics des chromatogrammes n° 6, 7, 8 Figures (17, 18 , 19).

Tableau n° 12 / Composition de l'huile de l'échantillon n° 1 figure 17

N° du pic	Temps de retention (mn)	Composés identifiés	Composition (%)
1	0,92	Alcool etylique	0,04
3	1,33	Pinène	12,961
4	1,69	Pinène	0,798
5	2,07	Limonène	0,302
6	2,25	Cineol	51,203
7	2,57	Cymène	3,911
14	10,18	Globulol	8,858
15	11,46	Terpineol	0,797

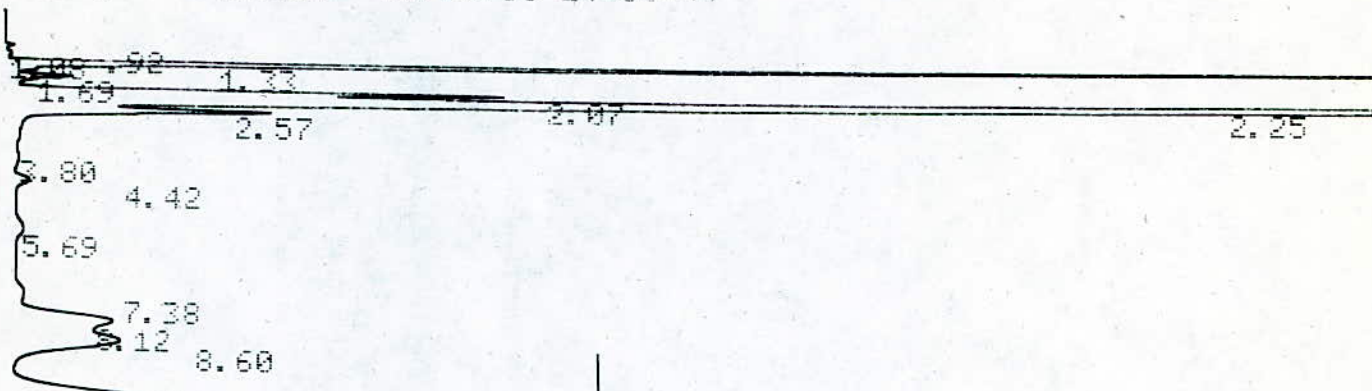
Tableau n° 13 / Composition de l'huile de l'échantillon n° 2 (Figure 18)

N° du pic	Temps de retention (mn)	Composés identifiés	Composition (%)
1	0,83	Acetone	0,754
2	0,99	Alcool etylique	0,016
4	1,29	Pinène	8,171
5	1,46	Camphène	0,128
6	1,66	Pinène	0,348
7	1,85	Phelandrène	0,027
8	2,21	Cineol	66,754
9	2,56	P.Cymène	1,738
20	10,18	Globulol	8,82
21	11,41	Terpineol	1,127

991 1003PT EVAL:

PT= 97.
AT= 64±0.5
CS= 0.5

CHANNEL A INJECT 21/12/86 14:53:44

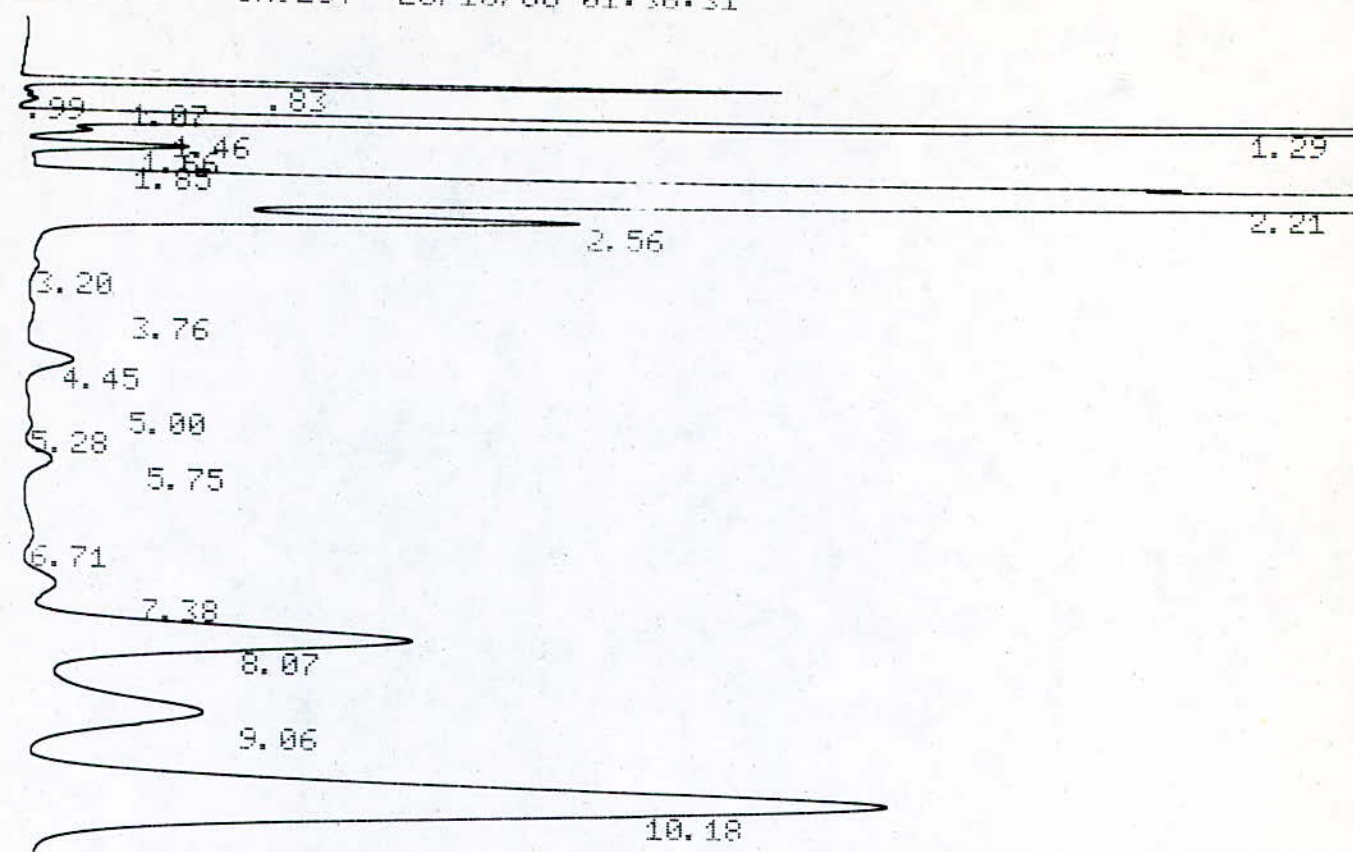


21/12/86

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	7
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC	
1	0.04	0.92	2307	02	
2	0.043	1.08	2498	02	
3	12.961	1.33	749531	02	
4	0.788	1.69	45552	02	
5	4.302	2.07	248793	02	
6	51.203	2.25	2961034	02	
7	3.911	2.57	226178	03	
8	0.107	3.8	6163	02	
9	0.311	4.42	18000	03	
10	0.291	5.69	16821	01	
11	0.346	7.38	20023	02	
12	4.015	8.12	232207	02	
13	4.738	8.6	273994	02	
14	8.858	10.18	512266	02	
15	0.797	11.46	46082	02	
16	0.552	13.17	31920	03	
17	1.327	16.87	76755	02	
18	3.657	19.01	211483	03	
19	1.753	24.1	101379	01	
TOTAL	100.		5782986		

Fig N° : 17

Chromatogramme (6) de l'huile des Feuilles séchées
à L'ETURE. à 105°c



28/10/86 0

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	5
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC	
1	0.754	0.83	188277	02	
2	0.016	0.99	3925	02	
3	0.029	1.07	7148	02	
4	8.171	1.29	2040235	02	
5	0.128	1.46	31946	02	
6	0.348	1.66	86954	02	
7	0.027	1.85	6750	02	
8	66.754	2.21	16667880	02	
9	1.738	2.56	434024	03	
10	0.024	3.2	5939	01	
11	0.034	3.76	8506	02	
12	0.245	4.45	61061	02	
13	0.023	5.	5779	02	
14	0.029	5.28	7205	02	
15	0.152	5.75	38041	03	
16	0.082	6.71	20463	02	
17	0.244	7.38	60971	02	
18	3.2	8.07	798904	02	
19	1.945	9.06	485662	02	
20	8.82	10.18	2202379	02	
21	1.127	11.41	281287	02	
22	0.974	13.41	243181	02	
23	2.999	15.09	748793	02	
24	1.233	16.87	307814	03	
25	0.216	19.37	53920	01	
26	0.69	23.97	172196	01	

TOTAL 100. 24969240

Fig N° 18

Chromatogramme (A) de l'huile des

TABLEAU N°14/ Composition de l'huile de l'échantillon N°3 (Figure 19)

N° DU PIC	TEMPS DE RETENTION (Mn)	COMPOSE Identifiés	COMPOSITION (%)
2	0,92	Alcool Ethylique	0,007
4	1,34	Pinène	6,073
5	1,50	Camphène	0,086
6	1,69	Pinène	0,266
7	1,90	Phelandène	0,015
8	2,07	Limonène	1,250
9	2,25	Cineol	71,826
10	2,56	Cymène	1,224
18	10,20	Globulol	9,892
19	11,49	Terpineol	0,836

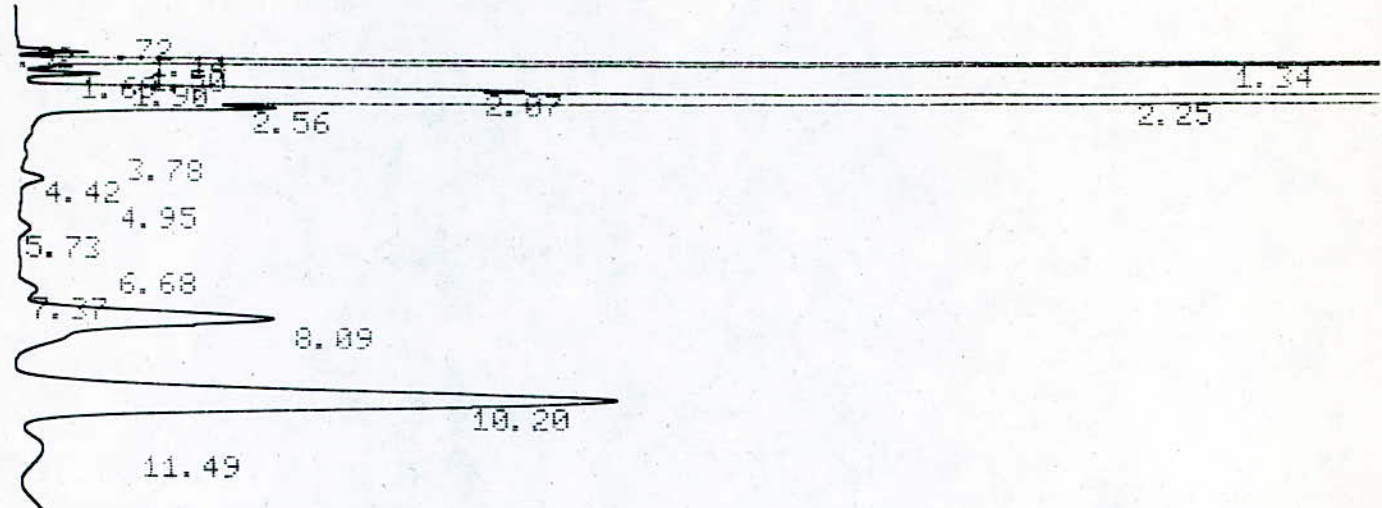
-Discussion:

Une fois l'analyse chromatographique faite, nous remarquons que les conditions du séchage influent sur la composition de l'huile, en effet, pour le premier échantillon nous avons pas trouvé ni du camphène, ni du phelandrène, qui existent tous deux dans l'échantillon n°3 par contre dans l'échantillon n°2 le limonène n'existe pas

Ceci peut être expliqué par le fait que ces échantillons ont perdu en plus de l'eau, les constituants les plus volatils pour le cineol et le -pinène, nous n'avons pas obtenus les mêmes valeurs pour les 3 échantillons, donc la température influe sur la composition en cineol, plus la température est grande plus le pourcentage diminue.

1007 999 1005 1003
 PT EVAL:
 PT= 61.
 AT= 64
 CS= 0.5

CHANNEL A INJECT 21/12/86 13:53:37



21/12/86 1

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	5
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC	
1	0.002	0.72	399	02	
2	0.007	0.92	1323	02	
3	0.182	1.14	32513	02	
4	6.073	1.34	1084218	02	
5	0.086	1.5	15290	02	
6	0.266	1.69	47448	02	
7	0.015	1.9	2658	02	
8	1.25	2.07	223148	02	
9	71.826	2.25	12823945	02	
10	1.224	2.56	218529	03	
11	0.029	3.78	5186	01	
12	0.161	4.42	28677	01	
13	0.011	4.95	1955	02	
14	0.104	5.73	18645	02	
15	0.045	6.68	8024	02	
16	0.232	7.37	41361	02	
17	4.082	8.09	728881	02	
18	9.892	10.2	1766141	02	
19	0.836	11.49	149330	02	
20	1.102	13.38	196686	02	
21	0.351	14.36	62606	03	
22	1.192	16.82	212845	01	
23	0.186	19.33	33226	01	
24	0.847	23.93	151138	01	
TOTAL	100.		17854172		

Fig No : 19
 Chromatogramme de l'huile des feuilles séchées
 Dans un dessiccateur

puisque à l'étuve à 105° C le pourcentage en cinéol est de 51,203 et à la température ambiante est de 66,754.

Pour conclure nous dressons le tableau suivant:

TABLEAU N° 15 / - Rendement en huile et le pourcentage en cincol.

ECHANTILLONS	RENDEMENT EN HUILE (%)	POURCENTAGE EN CINCOL
N° 1	0,47	62,000
N° 2	0,68	66,700
N° 3	1,21	71,826
FEUILLES FRAI- CHES DE BEN- AKNOUN N°1	0,76	52,912

-D'après ce tableau, nous remarquons que le rendement maximum a été obtenu avec le troisième échantillon ; Par contre les autres échantillons ont donné des rendements relativement faibles par rapport à celui obtenu avec une charge de feuilles fraîches qui est lui même faible par rapport aux feuilles séchées dans un dessiccateur même du point de vue des proportions de la composition qui ne sont pas identiques, le meilleur pourcentage est donné aussi par le troisième échantillon.

-Donc nous pouvons conclure que les conditions de séchage influent beaucoup sur le rendement en huile et sur l'augmentation du pourcentage en cincol, en conséquence, il faut stocker la matière végétale dans un endroit où le séchage n'est pas brusque pour éviter l'évaporation des constituants volatils.

3 - 2 . DIMENSIONS DES FEUILLES /

-Nous avons fait deux essais, l'un sur des feuilles fraîches coupées et l'autre sur des feuilles fraîches stricés, qui proviennent de BEN AKNOUN N°2, pour voir si la dimension des feuilles influe sur le rendement et la composition.

-Les résultats de ces deux essais sont regroupés dans le tableau suivant.

-La masse de chacune des charges est de 500 g.

-Débit de la vapeur d'eau moyen est de $37 \cdot 10^2$ ML/S

.../...

- TABLEAU N° 16 / - RESULTATS DES DIFFERENTES DISTILLATIONS .

FEUILLES	DUREE DE DISTILLATION(S)	VOLUME DE DISTILLATION (ML)	VOLUME D'HUILE (ML)	MASSE D'HUILE (G)	INDICE DE REFRACTION A 20° C.	POUVOIR ROTATOIRE A 15°C	DENSITE A 20° C
COUPEES	5270	1950	3	2,82	1,3703	-0,14	0,941
STRIEES	5270	1950	2,3	2,14	1,4712	+ 0,07	0,929

-Les résultats de l'analyse chromatographique après identification des pics des chromatogrammes N° 5,9 (FIGURES 16 - 20).

-Composition de l'huile des feuilles fraîches coupées de BEN AKNOUN N° 2 (voir tableau N° 2).

-TABLEAU N° 17 /- Composition de l'huile des feuilles fraîches striées de BEN AKNOUN N° 2 (FIGURE 20).

N° DU PIC	TEMPS DE RETENTION	COMPOSES IDENTIFIES	COMPOSITION (%)
3	1,34	L - Pinène	9,848
5	1,70	B - Pinène	0,326
4	1,51	Camphène	0,015
7	1,89	L - Phelandrène	0,010
8	2,07	Lionène	0,649
9	2,26	Cinéol	75,689
18	2,56	P- Cymène	1,959
19	10,18	Globulol	3,468
	11,45	L - Terpincol	0,599

-DISCUSSION :

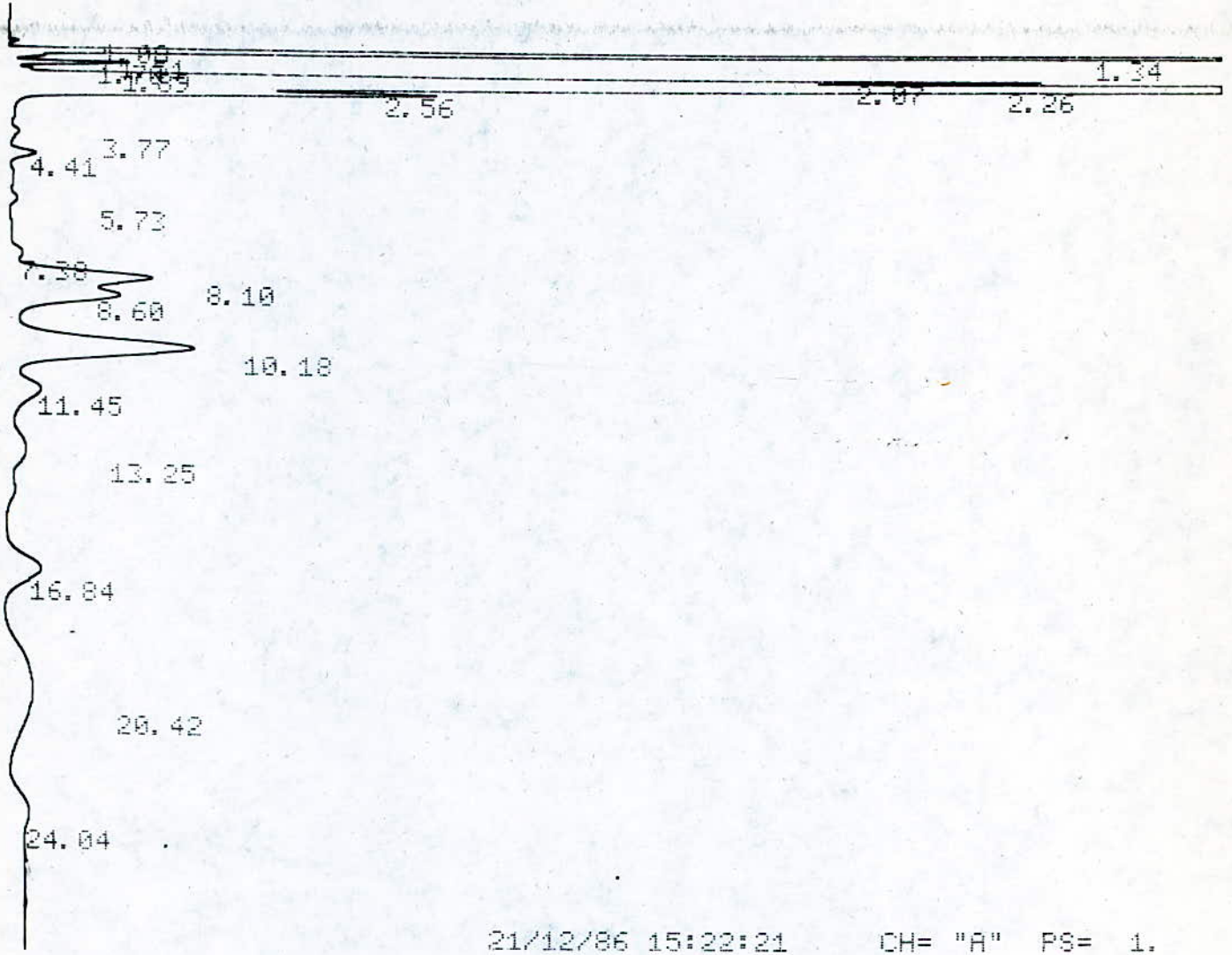
-En comparant les résultats de ces deux tableaux, nous remarquons que le pourcentage en cinéol est le même mais pour le ~~L~~-pinène, il est plus important dans les feuilles striées que dans les feuilles coupées, en ce qui concerne l'alcool éthylique, il ne se trouve pas dans l'huile des feuilles striées, pour conclure nous dressons le tableau suivant :

.../...

1059 1020 980 994 1001 1004 1001 1002 49

PT EVAL:
PT= 497.
AT= 64
CS= 0.5

CHANNEL A INJECT 21/12/86 15:22:21



21/12/86 15:22:21 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 8 INDEX 8

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.02	1.08	3954	01
2	9.848	1.34	1918319	08
3	0.015	1.51	2840	05
4	0.326	1.7	63509	06
5	0.01	1.89	2031	06
6	0.649	2.07	126434	06
7	75.685	2.26	14743121	02
8	1.959	2.56	381686	03
9	0.059	3.77	11571	01
10	0.18	4.41	35048	01
11	0.039	5.73	7627	01
12	0.137	7.38	26678	02
13	1.993	8.1	388216	02
14	1.588	8.6	309259	02
15	3.468	10.18	675500	02
16	0.599	11.45	116600	03
17	0.273	13.25	53145	01
18	0.932	16.84	181577	01
19	1.759	20.42	342712	02
20	0.46	24.04	89658	03

Fig N° : 20
Chromatogramme (9)
de l'huile des feuilles
Strées

- TABLEAU 18 /

FEUILLES	RENDEMENT EN HUILE (%)	POURCENTAGE EN CINCOL
COUPEES	0,57	75,868
STRIEES	0,51	75,685

-- Nous dirons, d'après ce tableau que la dimension des feuilles n'influe pas beaucoup sur le rendement, ni sur la composition de l'huile vu que le pourcentage en cincol est le même, par conséquent, nous allons travailler avec des feuilles coupées qui sont faciles à préparer.

4 - INFLUENCE DU TEMPS DE DISTILLATION SUR LE RENDEMENT ET LA COMPOSITION DE L'HUILE : COURBE CINÉTIQUE :

-Pour tracer la courbe cinétique, caractéristique de la distillation à la vapeur d'eau, nous avons recueilli plusieurs fractions de distillat dont nous avons déterminé le volume d'huile de chacune d'elle.

-Nous avons distillé des feuilles sèches coupées qui proviennent de BEN - MAOUN N° 1 .

-Les résultats de cette expérience sont donnés par le Tableau suivant .

-La masse de la charge : 500 g

-Le débit de la vapeur d'eau moyen : 3710^{-2} Ml/s.

- TABLEAU N° 19 /

PERTE EN POIDS (%)	DURÉE DE DISTILLA- TION(S)	VOLUME DE DISTILLA- TION(Ml)	VOLUME (D'HUILE (Ml)	MASSE (LE(g)	INDICE DE (REFRAC- TION A 20° C.	(POUVOIR ROTATOI RE A 15°C.	DENSITÉ (A 20°C
36,1	7297	2700	5,7	5,41	1,4728		0,949

- TABLEAU N° 20 / - Le volume d'huile en fonction du volume de distillat.

.../...

VOLUME D'HUILE(Ml)	1,1	1,5	1,1	0,8	0,7	0,5	0,3
VOLUME DE (DISTILLAT(Ml))	300	300	300	300	450	450	600

-Nous avons tracé le volume d'huile en fonction du volume de distillat dont la courbe présente un maximum. Nous pouvons donner une première interprétation, comme suit (FIGURE 21).

-Au début de la distillation, seuls les produits les plus volatils qui distillent et les produits qui se trouvent en grande quantité(cincol).

-La distillation exige un certain temps pour que l'équilibre thermique à l'intérieur du ballon soit atteint donc le volume de l'huile augmente avec l'augmentation du volume du condensat jusqu'au maximum et après il diminue dans cette partie là le volume de l'huile diminue très doucement, nous pouvons dire que le plus grand rôle est joué par le phénomène de diffusion de la vapeur d'eau dans les cellules végétales.

-Ce phénomène est confirmé par l'analyse chromatographique des différentes fractions après identification des pics des chromatogrammes N° 10, 11, 12, 13 (FIGURES 22, 23, 24, 25).

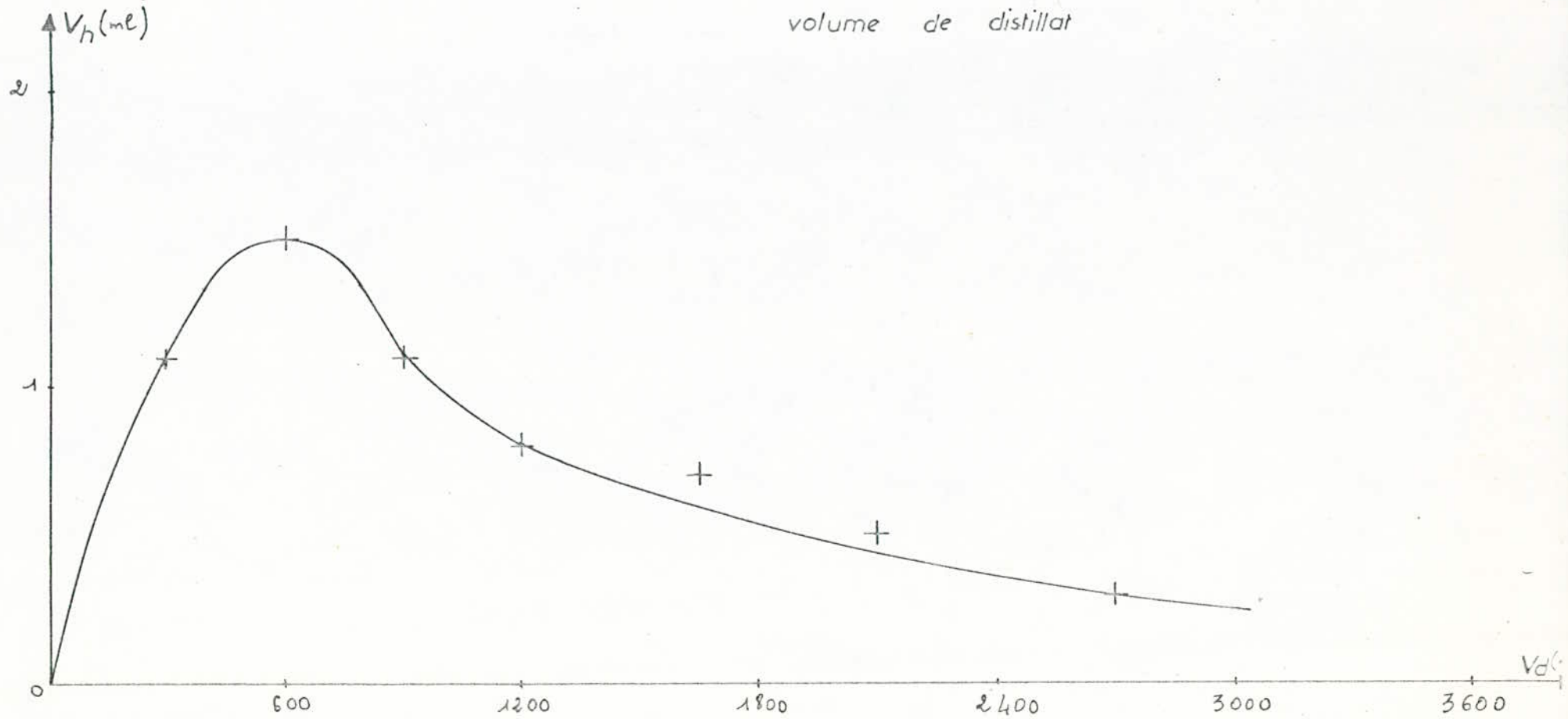
- TABLEAU N° 21 /- Composition de l'huile de la première fraction(Figure 22)

N° DU PIC	TEMPS DE RETENTION (Mn)	COMPOSÉS (IDENTIFIES)	COMPOSITION (%)
1	0,83	Acetone	0,449
2	0,002	Alcool Ethylique	0,002
3	1,23	L-Pinène	5,851
4	1,39	Camphène	0,105
5	1,58	B-Pinène	0,276
6	1,77	L- Phelandrène	0,040
7	1,94	Limnène	1,459
8	2,10	Cincol	74,81
9	2,40	P-Cymène	1,520
19	9,67	Globulol	6,733
20	10,95	L- Terpincol	0,850

.../...

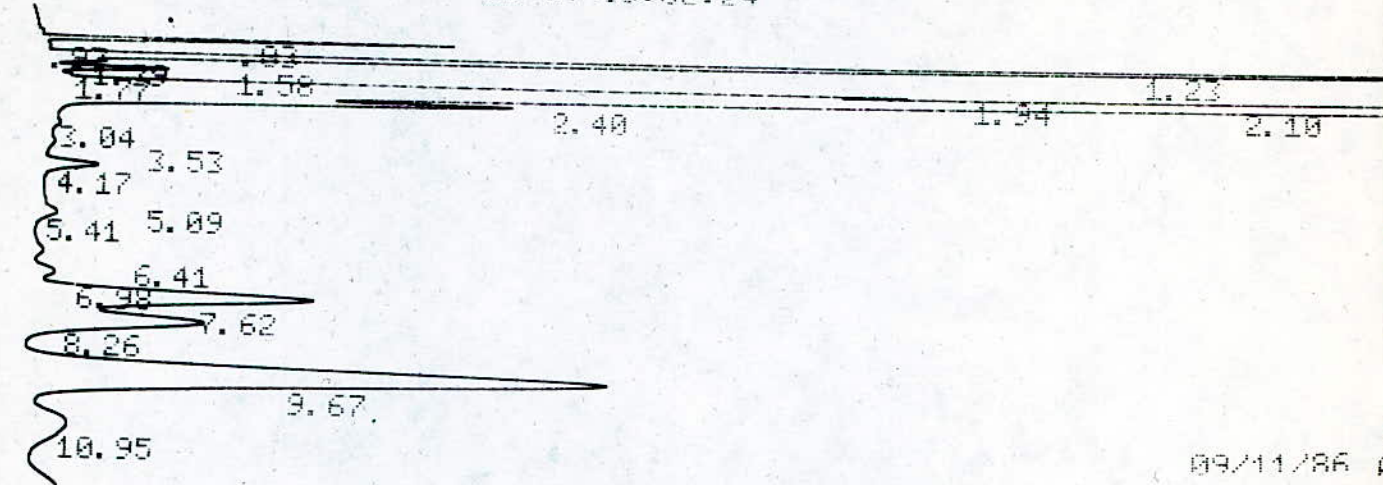
Figure 21: courbe cinétique N° 1

volume d'huile en fonction du
volume de distillat



1043 1021 1004 1000 1004 1000 1004 1001 1000 1000 1002
 PT EVAL:
 PT= 254.
 AT= 64
 CS= 0.5

CHANNEL A INJECT 09/11/86 00:02:24



PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.449	0.83	104009	02
2	0.002	0.97	548	03
3	5.851	1.23	1356638	02
4	0.105	1.39	24797	02
5	0.276	1.58	63995	02
6	0.04	1.77	9197	02
7	1.459	1.94	338315	02
8	74.81	2.1	17344433	02
9	1.52	2.4	352447	03
10	0.025	3.04	5829	01
11	0.032	3.53	7342	02
12	0.27	4.17	62701	03
13	0.027	5.09	6368	02
14	0.14	5.41	32515	03
15	0.103	6.41	23780	02
16	0.176	6.98	40776	02
17	2.663	7.62	617430	02
18	1.765	8.26	409255	02
19	6.733	9.67	1561102	02
20	0.85	10.95	197018	02
21	0.884	12.65	204843	03
22	1.083	16.07	251057	01
23	0.143	18.44	33257	01
24	0.592	22.85	137314	01
TOTAL	100.		23184566	

Fig 22

-- TABLEAU N° 22 / - Composition de l'huile de la deuxième fraction.
(Figure 22)

N° DU PIC	TEMPS DE RETENTION (Mn)	COMPOSES IDENTIFIES	COMPOSITION (%)
1	1,29	L- Pinène	3,829
2	1,64	B- Pinène	0,219
3	1,83	E- Phelandrène	0,026
4	2,03	Limonène	1,232
5	2,20	Cineol	63,09
6	2,54	P- Cymène	1,345
16	10,18	Globulol	13,422
17	11,35	L- Terpèneol	0,134

- TABLEAU N° 23 / - Composition de l'huile de la troisième fraction
(Figure 23)

N° DU PIC	TEMPS DE RETENTION (Mn)	COMPOSES IDENTIFIES	COMPOSITION (%)
1	1,30	L- Pinène	4,371
2	1,47	Camphène	0,058
3	1,67	B- Pinène	0,245
4	1,86	E- Phelandrène	0,012
5	2,06	Limonène	1,094
6	2,22	Cineol	58,979
7	2,57	P- Cymène	2,803
18	10,23	Globulol	12,602
19	11,49	L- Terpèneol	1,301

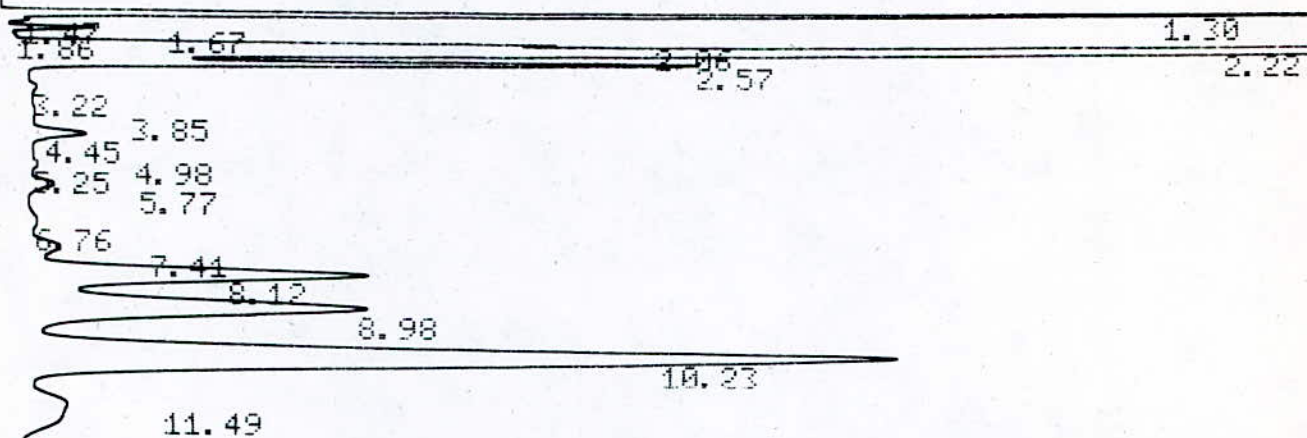
.../...

962 1022 1014 1004 1001 1006 1005 1004 1004 1000 1004 1000

PT EVAL:
PT= 135.

AT= 64
CS= 0.5

CHANNEL A INJECT 09/11/86 01:19:25



09/11/86 01:19:25

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	4
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC	
1	4.371	1.3	788567	02	
2	0.058	1.47	10445	02	
3	0.245	1.67	44134	02	
4	0.012	1.86	2097	02	
5	1.094	2.06	197374	02	
6	58.979	2.22	10639799	02	
7	2.803	2.57	505577	03	
8	0.074	3.22	13359	02	
9	0.109	3.85	19753	02	
10	0.489	4.45	88223	02	
11	0.067	4.98	12120	02	
12	0.113	5.25	20460	02	
13	0.291	5.77	52524	02	
14	0.248	6.76	44775	02	
15	0.478	7.41	86250	02	
16	4.144	8.12	747667	02	
17	4.919	8.98	887476	02	
18	12.602	10.23	2273463	02	
19	1.301	11.49	234787	02	
20	0.68	13.49	122739	02	
21	0.102	14.42	18413	03	
22	1.581	16.93	285152	02	
23	4.09	19.69	737817	02	
24	1.148	24.1	267145	03	

TOTAL 100. 18040116

Fig N°23
Chromatogramme 20

-- TABLEAU N° 24 /-- Composition de l'huile de la quatrième fraction .
(Figure 24).

N° DU PIC	TEMPS DE RETENTION (Mn)	COMPOSES IDENTIFIES	COMPOSITION (%)
1	1,29	✓- Pinène	5,28
2	1,47	Camphène	0,090
3	1,66	B- Pinène	0,417
4	1,89	✓- Phelandrène	0,039
5	2,05	Limonène	2,948
6	2,22	Cineol	48,408
7	2,56	P- Cymène	5,553
17	10,25	Globulol	9,278
18	11,54	✓- Terpincol	0,834

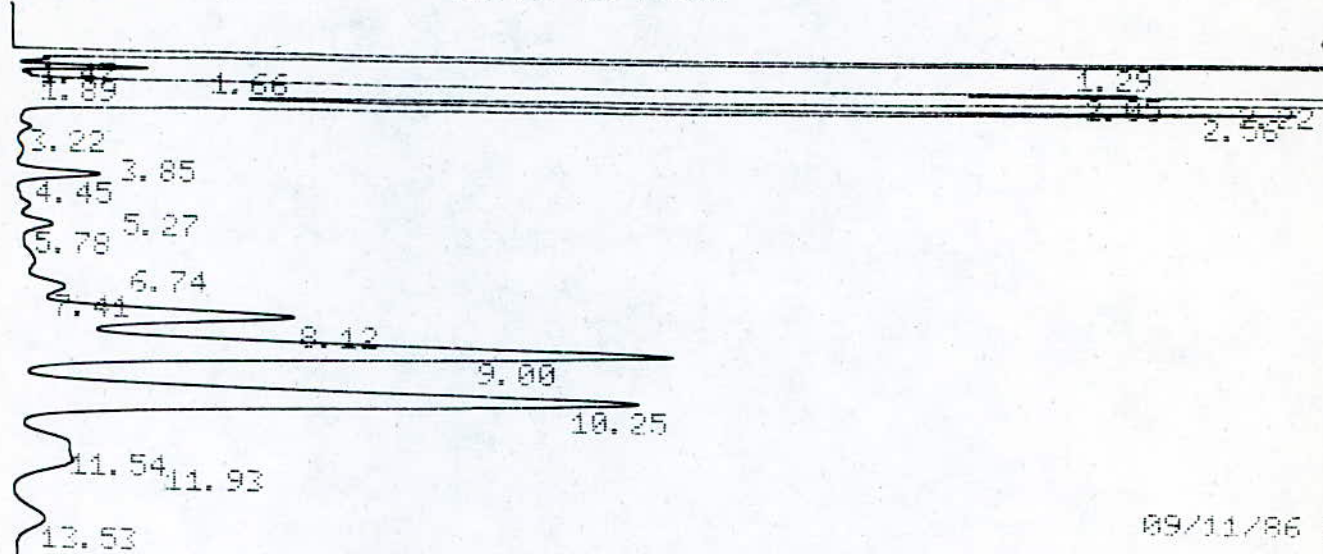
-- TABLEAU N° 25 /-- Composition de l'huile de la cinquième fraction.
(Figure 25).

N° DU PIC	TEMPS DE RETENTION (Mn)	COMPOSES IDENTIFIES	COMPOSITION (%)
1	0,84	Acetone	0,168
2	1,29	✓- Pinène	4,626
3	1,64	B- Pinène	0,315
4	2,18	Cineol	66,051
13	10,18	Globulol	13,457
14	11,46	✓- Terpincol	1,120

.../...

1022 391 996 1014 1009 1005 1004 1004 1003
 PT EVAL:
 PT= 165.
 AT= 64
 CS= 0.5

CHANNEL A INJECT 09/11/86 01:49:51



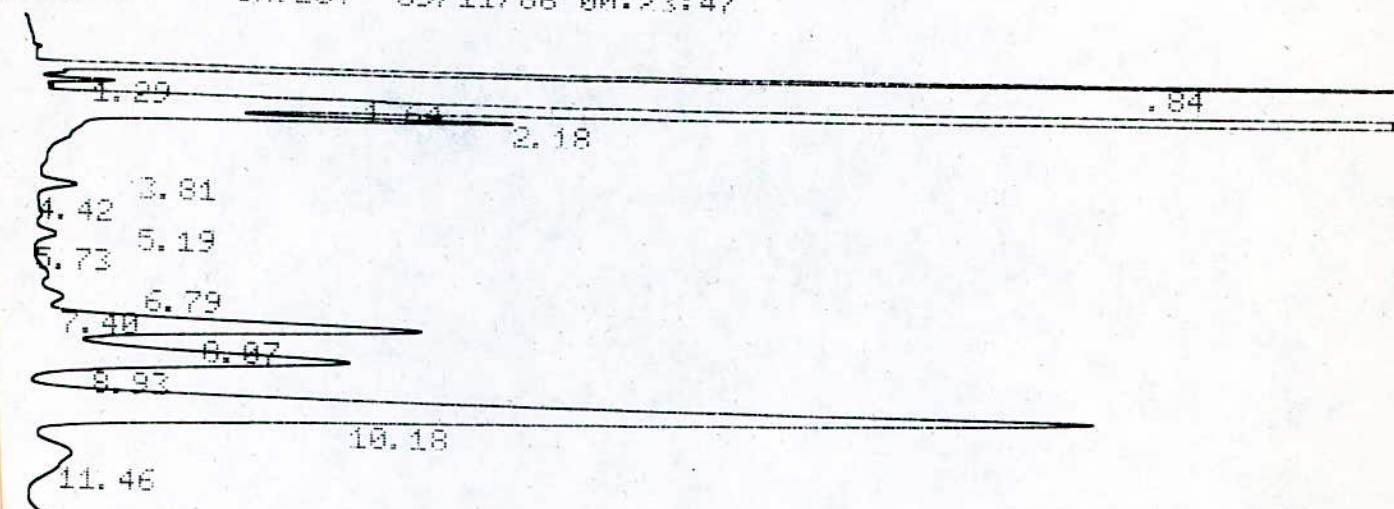
09/11/86 6

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	5
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC	
1	5.528	1.29	982191	02	
2	0.09	1.47	15997	02	
3	0.417	1.66	74168	02	
4	0.039	1.89	6862	02	
5	2.948	2.05	523752	02	
6	48.408	2.22	8601659	02	
7	5.553	2.56	986758	03	
8	0.065	3.22	11580	01	
9	0.048	3.85	8507	02	
10	0.571	4.45	101512	02	
11	0.158	5.27	28001	02	
12	0.37	5.78	65743	02	
13	0.362	6.74	64277	02	
14	0.698	7.41	124056	02	
15	3.679	8.12	653665	02	
16	9.435	9.	1676445	02	
17	9.278	10.25	1648594	02	
18	0.834	11.54	148265	02	
19	0.95	11.93	168753	02	
20	0.566	13.53	100592	03	
21	0.053	15.3	9395	01	
22	1.335	16.95	237213	02	
23	7.941	19.4	1411096	03	
24	0.675	24.17	120019	01	
TOTAL		100.	17769096		

Fig No :24
 Chromatogramme 21

RT EVAL:
 RT= 267.
 AT= 64
 CS= 0.5

CHANNEL A INJECT 09/11/86 00:23:47



09/11/86

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	2
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC	
1	0.168	0.84	34247	02	
2	4.626	1.29	940683	02	
3	0.315	1.64	63970	02	
4	66.051	2.18	13431173	02	
5	0.204	3.81	41439	02	
6	0.485	4.42	98585	02	
7	0.252	5.19	51313	02	
8	0.363	5.73	73765	02	
9	0.425	6.79	88505	02	
10	0.451	7.4	91771	02	
11	4.25	8.07	864253	02	
12	4.057	8.93	824943	02	
13	13.457	10.18	2736505	02	
14	1.12	11.46	227735	02	
15	0.907	13.45	184432	02	
16	0.267	14.41	54300	03	
17	1.545	16.9	314123	01	
18	0.171	19.4	34713	01	
19	0.876	24.04	178134	01	
TOTAL	100.		20334589		

Fig No :25
 Chromatogramme 22

- D'après ces tableaux, nous remarquons que pour les premières fractions (N° 1, 2, 3, 4) la composition en constituants est la même, mais les proportions qui diffèrent d'une fraction à l'autre par rapport au plus grand pourcentage, mais pour la fraction n° 5, nous constatons le manque de certains constituants tels que : Le ~~K~~- Phelandrène, P- Cymène, Le Camphène et le Limonène. Nous expliquons ce manque par le fait que les proportions de ces constituants sont faibles par rapport aux pourcentages dominants (cineol, globulol). Le pourcentage en cineol de la 5ème fraction est de 66 %, cela s'explique par le manque de quelques constituants qui a influ sur ce dernier.

-Nous avons constaté aussi que le pourcentage en cineol au cours de la distillation diminue en fonction du volume de distillat (Figure 26).

-Alors que pour le ~~K~~- Pinène, le pourcentage reste constant (variation faible).

-Nous pouvons conclure que le cineol est plus facilement éliminé par la vapeur d'eau que les autres constituants.

-Pour comparer notre courbe cinétique à la courbe donnée par la littérature, nous avons tracé le volume d'huile total en fonction du volume total de distillat (Figure 27).

- TABLEAU N° 26 /- Volume d'huile total en fonction du volume total de distillat .

VOLUME D'HUILE TOTAL (Ml)	1,1	2,6	3,7	4,5	5,2	5,7	6
VOLUME DE DISTILLAT (Ml)	300	600	900	1200	1650	2100	2700
TEMPS DE DISTILLATION (S)	810	1621	2431	3241	4457	5672	7292

- Nous avons obtenu une courbe identique à la courbe théorique, qui présente deux parties :

-La première partie qui est une droite :

Au début ~~de~~ le gradient de concentration est nul à l'intérieur des cellules végétales donc la force motrice est nulle, d'où au début du processus, seule l'huile qui se trouve à la surface externe du végétal qui sera éliminée avec une vitesse constante.

-Pour la deuxième partie ::

La vitesse de la vaporisation de l'huile diminue puisqu'elle dépend de la vitesse de diffusion interne (à l'intérieur des cellules végétales) qui diminue brusquement car la concentration à l'intérieur des cellules végétales diminue alors la quantité de l'huile qui se trouve à la surface du végétal après diffusion diminue jusqu'à ce qu'elle s'annule.

En conclusion, nous dirons que le maximum du volume d'huile est obtenu à la première heure de distillation, dont le pourcentage en cineol est important.

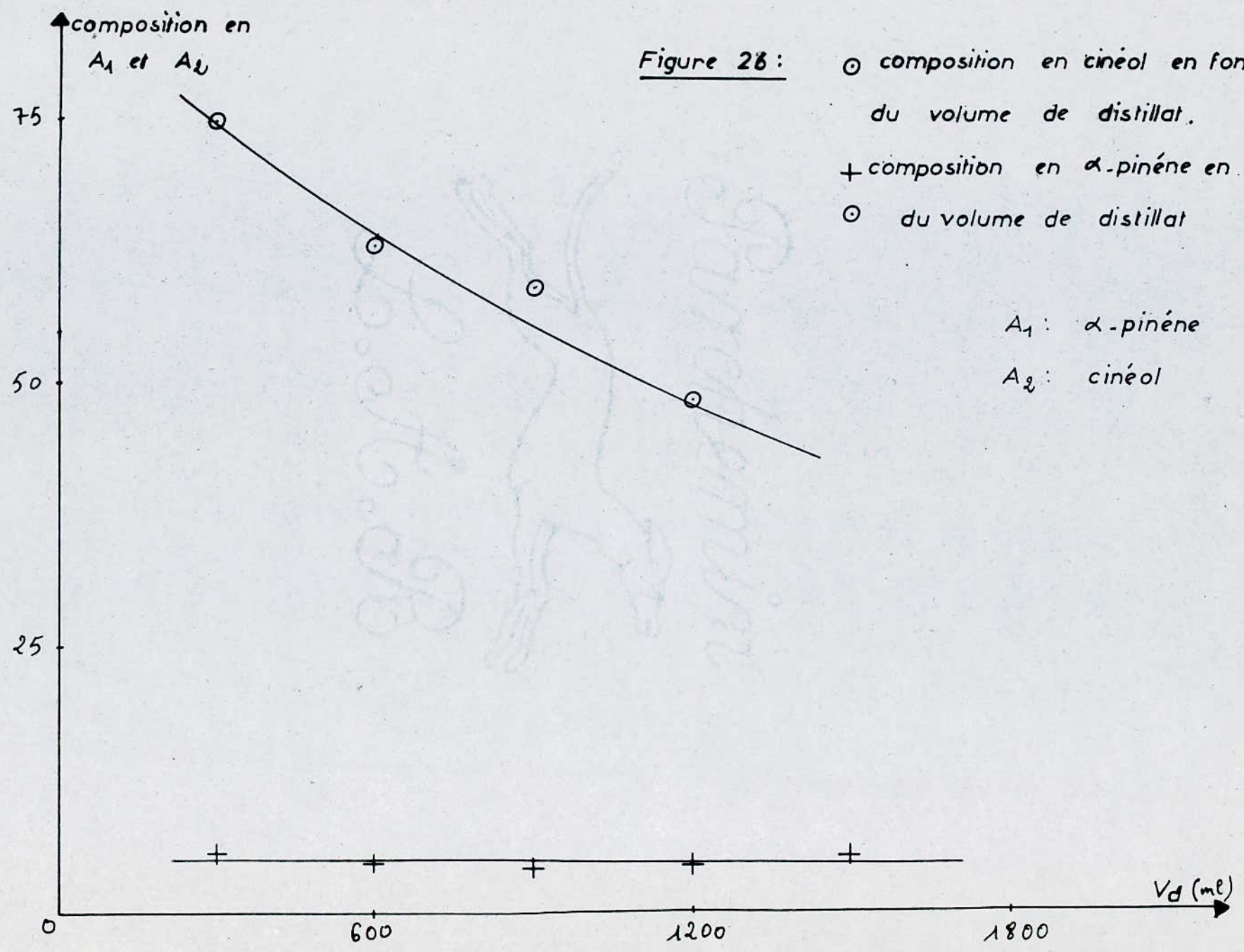
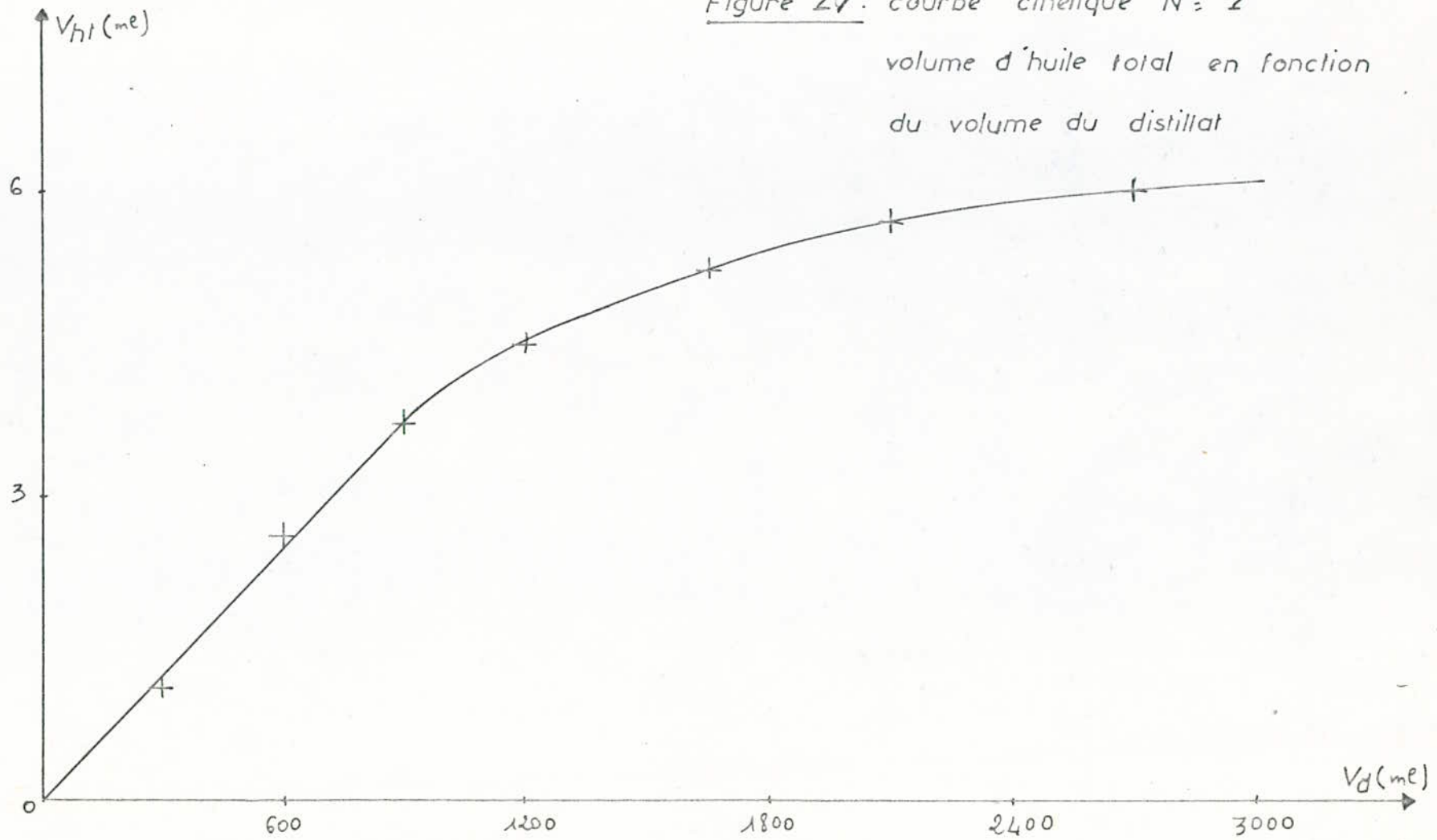


Figure 28:
 ○ composition en cinéol en fonction du volume de distillat.
 + composition en α -pinène en fonction du volume de distillat

A_1 : α -pinène
 A_2 : cinéol

Figure 27: courbe cinétique N° 2
volume d'huile total en fonction
du volume du distillat



5 - INFLUENCE DU TEMPS DE SECHAGE SUR LE RENDEMENT ET LA COMPOSITION DE L'HUILE :

-Nous avons vu dans la partie (3) que le séchage influe sur le rendement et la composition d'une façon positive pour cela nous nous sommes intéressés à l'influence du temps de séchage sur le rendement et la composition de l'huile.

-Nous avons pris une grande quantité des feuilles fraîches, que nous avons laissé sécher dans un carton, après les avoir coupées en morceaux,

-Chaque semaine, nous avons fait une expérience et nous avons déterminé la perte en poids.

-Les résultats sont donnés par le tableau suivant .

-TABLEAU N° 27 / -- Résultats des différentes expériences .

-La masse de la charge : 500 g.

-Le débit de vapeur d'eau moyen : 3710^{-2} ml/s.

ECHANTILLONS N°	1	2	3	4	5	6
PERTE EN POIDS (%)	11,5	21,4	27,0	32,0	37,0	37,0
DUREE DE DISTILLATION (s)	9694	9507	9903	10152	9180	19247
VOLUME DE DISTILLATION (ML)	3587	3516	3675	3756	3399	4161
VOLUME D'HUILE (ML)	3,60	4,50	5,00	6,00	7,75	9,5
MASSA D'HUILE (G)	3,29	4,12	4,63	5,62	7,35	8,87
INDICE DE REFRACTION A 20° C	1,4707	1,4736	1,4765	1,4798	1,4733	1,4717
POUVOIR ROTATOIRE A 15° C.		=				
DENSITE A 20°C.	0,915	0,917	0,926	0,937	0,948	0,934
RENDEMENT EN HUILE (%)	0,66	0,83	0,93	1,13	1,46	1,78
TEMPS DE SECHAGE (JOUR).	7	14	21	28	35	42

-L'analyse chromatographique a donnée après identification des chromatogrammes N° 14, 15, 16, 18 (Figures 28, 29, 30, 31).

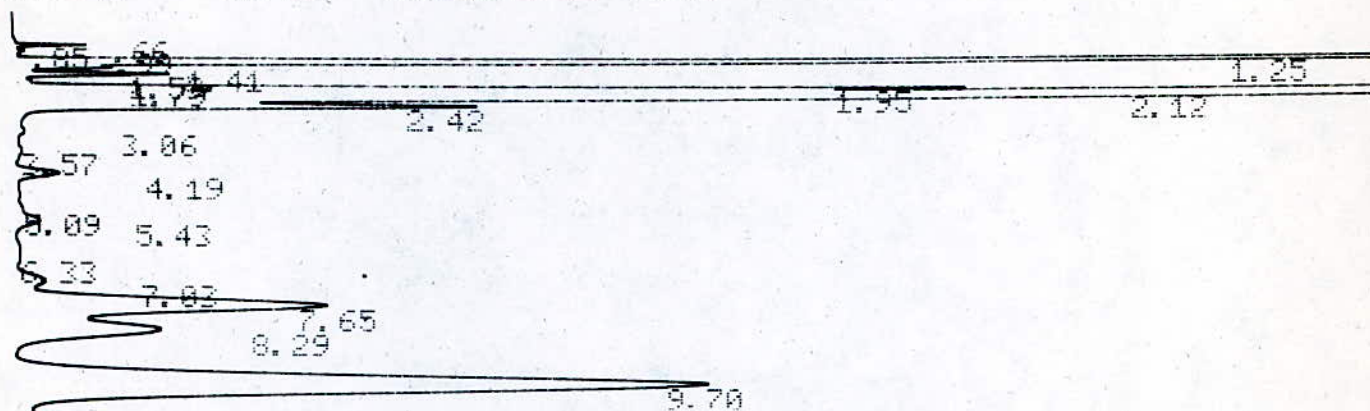
- TABLEAU N° 28 /-- Composition de l'huile de l'échantillon N° 1 (Figure 28).

N° DU PIC	TEMPS DE RETENTION(Mn)	(COMPOSES IDENTIFIES)	COMPOSITION (%)
2	0,85	Acetone	0,087
3	0,99	Alcool ethylique	0,012
4	1,25	A- Pinène	14,919
5	1,41	Camphène	0,174
6	1,59	B- Pinène	0,375
7	1,79	Phelandrène	0,026
8	1,95	Limonène	1,921
9	2,12	Cineol	63,304
10	2,42	P- Cymène	1,628
20	9,70	Globulol	8,463
21	10,91	L- Terpeneol	0,966

1007 1005 1000 1003
 PT EVAL:
 PT= 125.

RT= 64
 CS= 0.5

CHANNEL A INJECT 16/11/86 05:38:31



16/11/86 0

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	15
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC	
1	0.002	0.66	361	01	
2	0.007	0.85	18907	02	
3	0.012	0.99	2627	03	
4	14.919	1.25	3230582	02	
5	0.174	1.41	37593	02	
6	0.375	1.59	81305	02	
7	0.026	1.79	5552	02	
8	1.921	1.95	416028	02	
9	63.304	2.12	13707958	02	
10	1.628	2.42	352455	03	
11	0.028	3.06	6155	01	
12	0.043	3.57	9272	02	
13	0.31	4.19	67199	08	
14	0.003	5.09	637	06	
15	0.176	5.43	30006	02	
16	0.072	6.33	15685	02	
17	0.249	7.03	53870	02	
18	3.129	7.65	677659	02	
19	1.596	8.29	345679	02	
20	0.463	9.7	1832630	02	
21	0.966	10.91	209093	02	
22	0.453	12.65	98130	03	
23	1.183	16.07	256192	01	
24	0.196	18.44	42465	01	
25	0.683	22.85	147994	01	
TOTAL	100.		21654114		

- TABLEAU N° 29 /- Composition de l'huile de l'échantillon n° 2 .
(Figure 29).

N° DU PIC	TEMPS DE RETENTION	(COMPOSES IDENTIFIES)	COMPOSITION (%)
1	0,85	Acetone	0,055
2	1,00	Alcool Ethylique	0,050
3	1,27	✓ - Pinène	10,765
4	1,42	Camphène	0,119
5	1,61	B - Pinène	0,379
6	1,81	✗ - Phelandrène	0,037
7	1,99	Limonène	1,862
8	2,16	Cineol	66,422
18	9,89	Globulol	8,744
19	11,11	✗ - Terpeneol	0,890

- TABLEAU N° 30 /- Composition de l'huile de l'échantillon N° 3 .
(Figure 30).

N° DU PIC	TEMPS DE RETENTION	(COMPOSES IDENTIFIES)	COMPOSITION (%)
2	0,157	Acétone	0,830
3	0,542	Alcool Ethylique	0,980
4	8,512	✗ - Pinène	1,250
5	0,017	Camphène	1,410
6	0,298	B - Pinène	1,610
7	1,606	Limonène	1,980
8	2,140	Cineol	66,601
9	2,470	P - Cymène	1,804
18	9,830	Globulol	8,879
19	11,050	✗ - Terpeneol	0,900

- TABLEAU N° 31 /- Composition de l'huile de l'échantillon n° 4. (Figure 31).

N° DU PIC	TEMPS DE RETENTION	(COMPOSES IDENTIFIES)	COMPOSITION (%)
2	0,87	Acetone	0,003
3	0,92	Alcool Ethylique	0,003
6	1,34	✓ - Pinène	7,513
7	1,49	Camphène	0,111
8	1,69	B - Pinène	0,017
9	1,90	✗ - Phelandrène	0,017
10	2,07	Limonène	1,537
11	2,25	Cineol	70,021
20	10,18	Globulol	8,709
21	11,48	✗ - Terpeneol	0,711

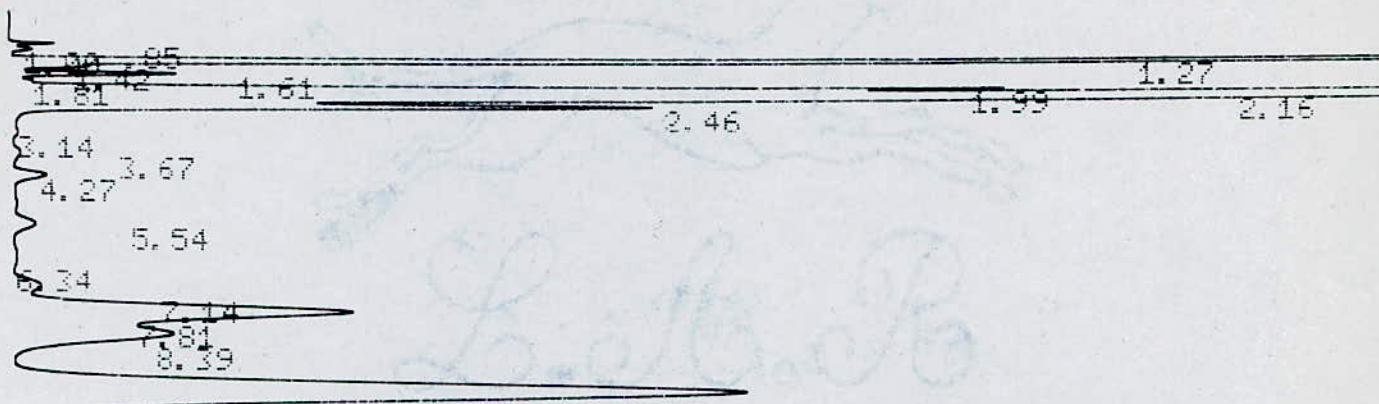
- TABLEAU N° 32 /- Composition de l'huile de l'échantillon N° 5 (Figure 32).

N° DU PIC	TEMPS DE RETENTION	(COMPOSES IDENTIFIES)	COMPOSITION (%)
2	0,92	Alcool Ethylique	0,015
5	1,34	✓ - Pinène	5,185
6	1,50	Camphène	0,076
7	1,70	B - Pinène	0,294
8	2,08	Limonène	0,845
9	2,26	Cineol	74,938
10	2,56	P - Cymène	1,494
18	10,20	Globulol	8,914
19	11,47	✗ - Terpeneol	0,793

1002
 PT EVAL:
 PT= 652.
 PT EVAL:
 PT= 169.
 RT= 64
 CS= 0.5

Paracetamol

CHANNEL A INJECT 24/11/86 02:40:55



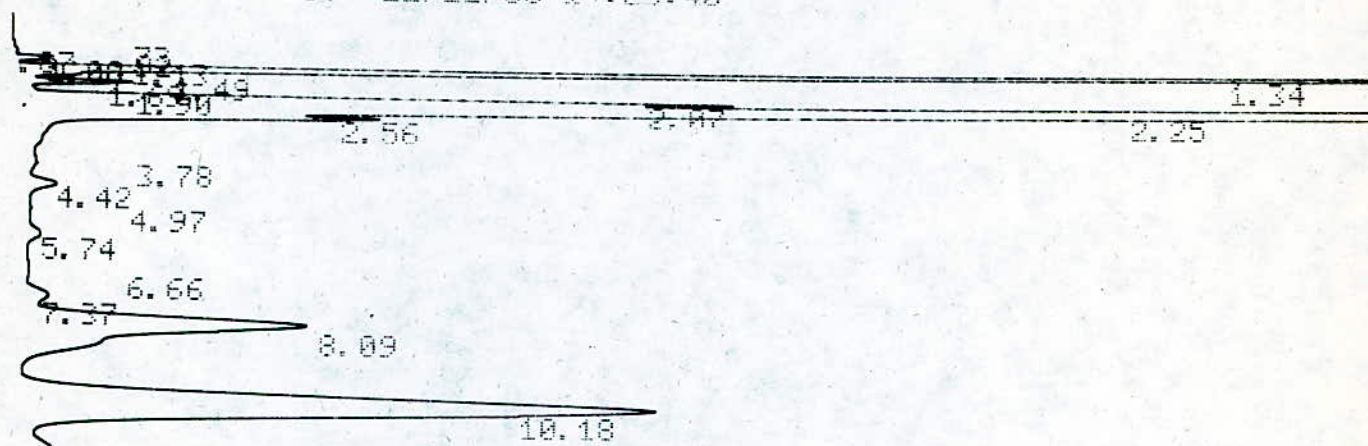
24/11/86

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 9
PEAK#	AREA%	RT AREA BC
1	0.055	0.85 12961 02
2	0.05	1. 11720 03
3	10.765	1.27 2534554 02
4	0.119	1.42 28111 02
5	0.379	1.61 89328 02
6	0.037	1.81 8819 02
7	1.062	1.99 438391 02
8	66.422	2.16 15638198 02
9	2.089	2.46 491751 03
10	0.02	3.14 4634 01
11	0.049	3.67 11496 02
12	0.168	4.27 39668 03
13	0.147	5.54 34602 01
14	0.048	6.34 11240 02
15	0.213	7.14 50108 02
16	3.483	7.81 820135 02
17	1.521	8.39 358040 02
18	8.744	9.89 2058608 02
19	0.89	11.11 209563 02
20	0.59	12.9 138949 02
21	0.177	13.96 41673 02
22	1.115	16.39 262531 02
23	0.394	18.82 92851 03
24	0.662	23.3 155875 01
TOTAL	100.	23543806

*Fig No 29
 Chromatogramme 25*

942 977 1029 1004 1000 1003
 PT EVAL:
 PT= 54.
 AT= 64
 CS= 0.5

CHANNEL A INJECT 21/12/86 14:23:40



21/12/86 1

FILE	METHOD	RT	AREA	BC
1.	0.	6		
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.002	0.73	456	02
2	0.003	0.87	751	02
3	0.003	0.92	710	02
4	0.052	1.08	11200	02
5	0.044	1.13	9547	02
6	7.514	1.34	1618333	02
7	0.111	1.49	23899	02
8	0.296	1.69	63695	02
9	0.017	1.9	3619	02
10	1.537	2.07	331078	02
11	70.029	2.25	15083265	02
12	1.404	2.56	302306	03
13	0.034	3.78	7262	01
14	0.152	4.42	32797	01
15	0.005	4.97	977	01
16	0.103	5.74	22121	01
17	0.04	6.66	8706	02
18	0.225	7.37	48549	02
19	3.992	8.09	859870	02
20	8.709	10.18	1875822	02
21	0.711	11.48	153116	02
22	0.53	13.35	114234	02
23	0.166	14.39	35831	03
24	1.316	16.81	283373	02
25	2.124	19.37	457564	02
26	0.88	23.91	189467	03

TOTAL 100. 21538550

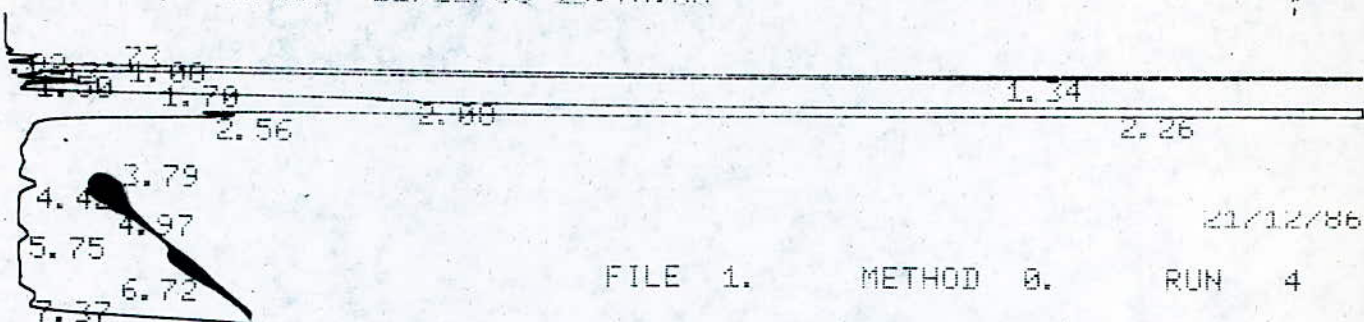
Fig N°30
 Chromatogramme 16

557 819 999 1015 995 999 995 999 1003

751

T= 33.
AT= 64
CS= 0.5

CHANNEL A , INJECT 21/12/86 13:18:08



21/12/86

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	4
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC	
1	0.002	0.73	423	02	
2	0.015	0.92	2683	02	
3	0.057	1.08	10193	02	
4	0.044	1.13	7839	02	
5	5.184	1.34	919040	02	
6	0.076	1.5	13458	02	
7	0.294	1.7	52103	02	
8	0.845	2.08	149864	02	
9	74.938	2.26	13284555	02	
10	1.494	2.56	264874	08	
11	0.036	3.79	6382	05	
12	0.126	4.42	22277	05	
13	0.008	4.97	1425	01	
14	0.086	5.75	15157	01	
15	0.061	6.72	10819	02	
16	0.231	7.37	41008	02	
17	4.187	8.09	742337	02	
18	8.915	10.2	1580491	02	
19	0.793	11.47	140643	02	
20	0.575	13.33	101951	02	
21	0.186	14.43	33030	03	
22	0.985	16.81	174663	02	
23	0.183	19.33	32372	08	
24	0.026	21.67	4525	06	
25	0.651	23.91	115365	03	

TOTAL 100. 17727472

Chromatogramme 18.

FIG N°39

- DISCUSSION /

D'après les tableaux (N° 28, 29, 30, 31, 32) nous remarquons que la composition en constituants est la même , mais avec des variations en proportion vis à vis du constituant dominant (cineol) .

Pour mieux voir cette variation, nous avons tracé la courbe qui donne le pourcentage en cinéol en fonction du temps de séchage (Figure 32)

Nous constatons que le pourcentage en cineol augmente avec le temps de séchage.

D'après le tableau (N° 27), nous remarquons que la perte en poids augmente avec le temps de séchage, donc nous avons jugé intéressant de tracer cette courbe (Figure 33) mais au delà de 35ème jour, la perte en poids prend une valeur constante.

Nous remarquons aussi que le rendement en huile augmente avec le temps de séchage suivant une droite moyenne (Figure 34).

Pour conclure, nous disons que le séchage joue un rôle très important vis à vis du rendement en huile et du pourcentage en cinéol.

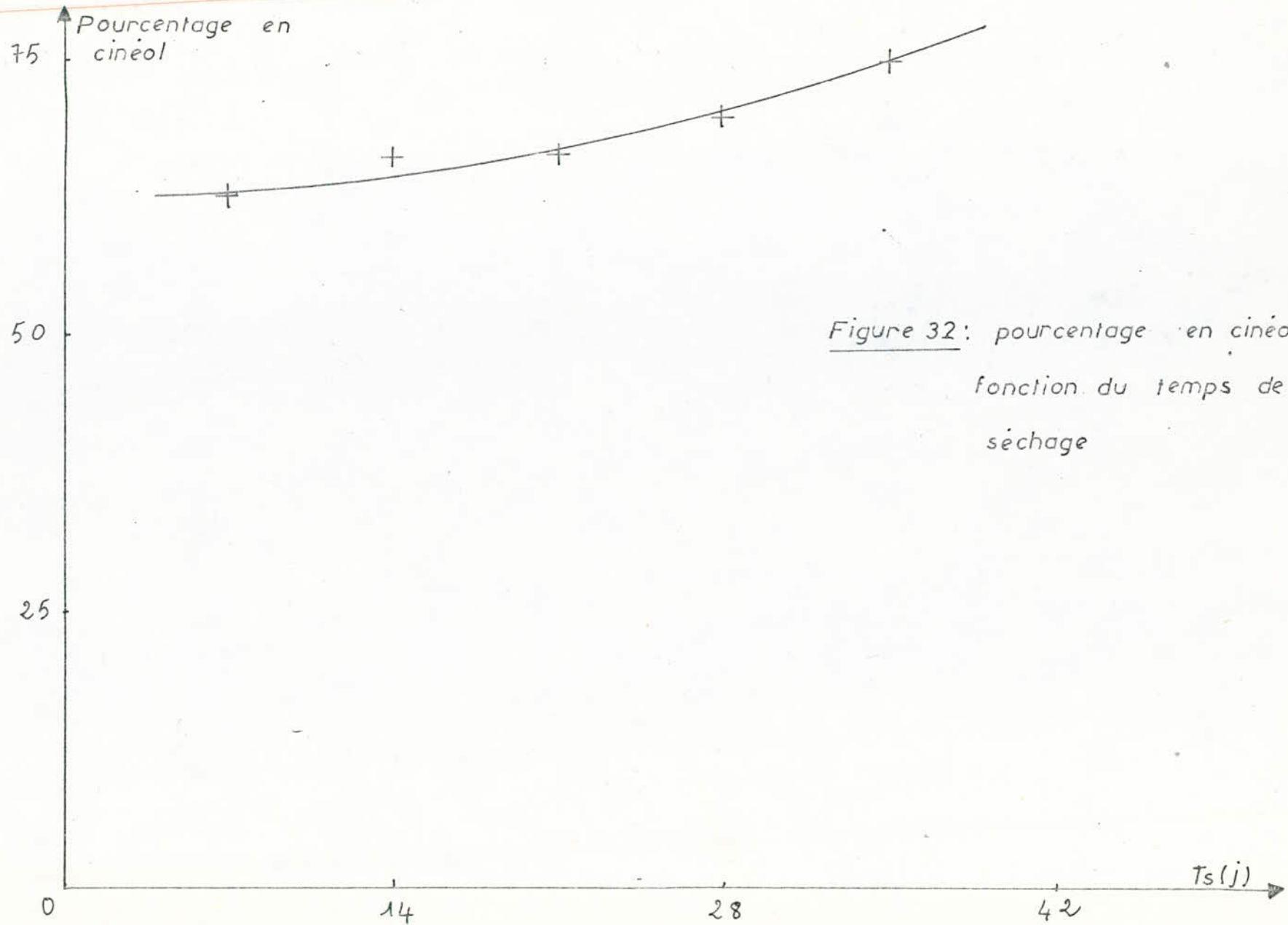


Figure 32: pourcentage en cineol en fonction du temps de séchage

Figure 33 perte en poids en fonction du temps de séchage

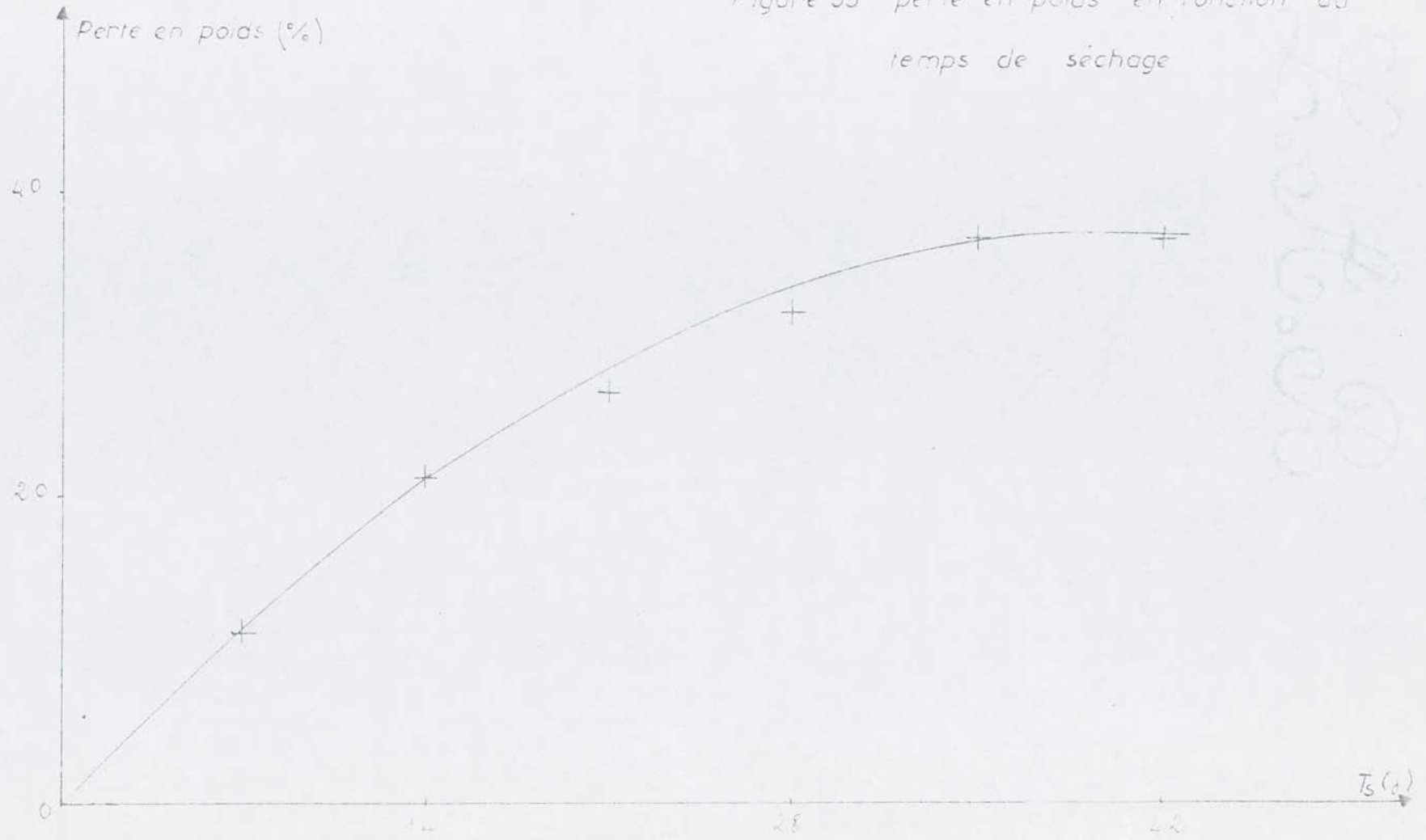
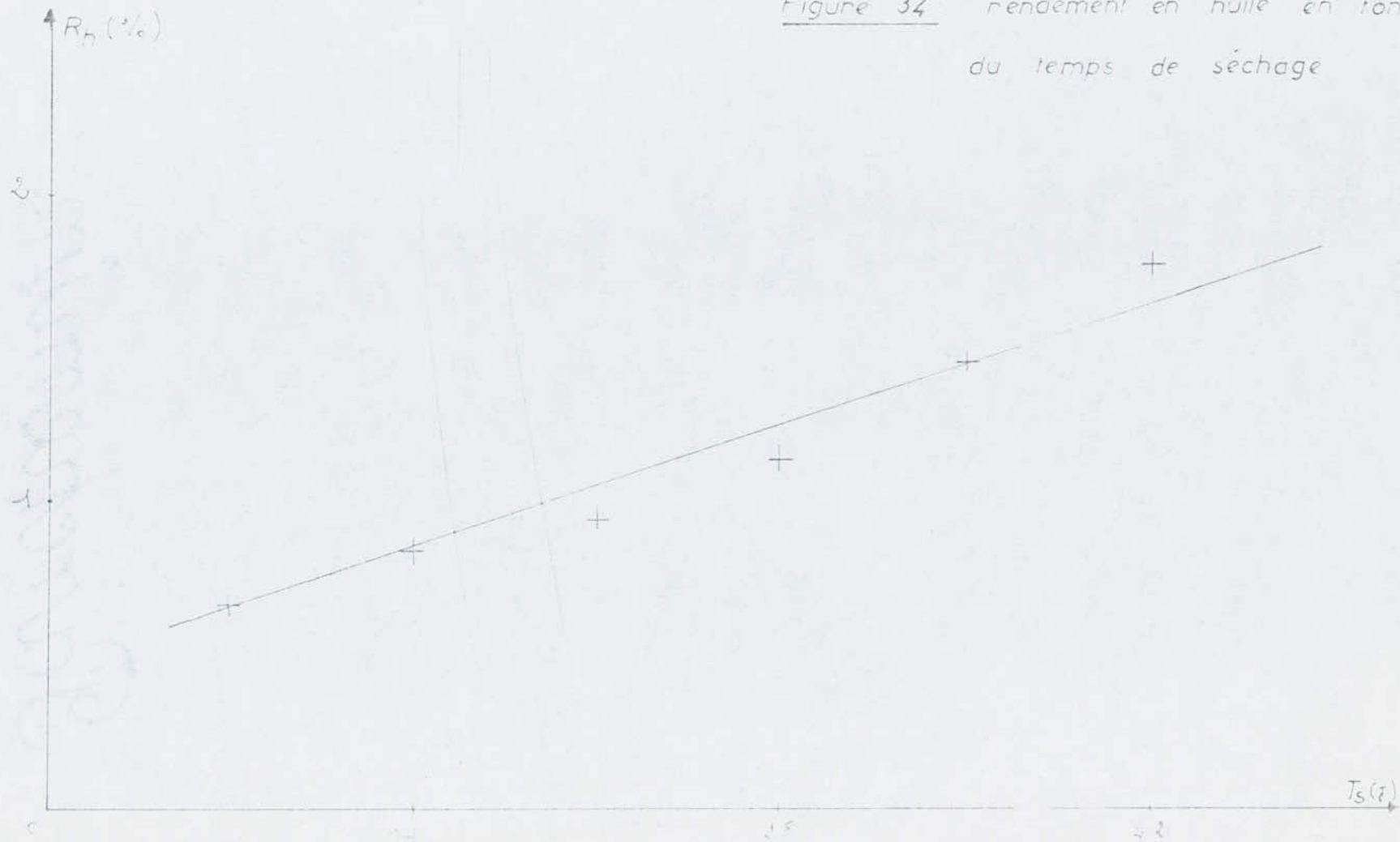


Figure 34 rendement en huile en fonction
du temps de séchage



6- Mise en evidence des sesquiterpènes dans l'huile :

Vu le manque d'étalons, nous n'avons pas pu identifier d'autres constituants cités en théorie, tel que les sesquiterpènes. Afin de mettre en evidence la présence des sesquiterpènes dans l'huile d'Eucalyptus Globulus, nous avons effectué un test préliminaire. Ce test consiste à faire réagir l'huile avec de l'acide phosphorique, lors de l'expérience, il y a eu virage au rouge, donc présence des sesquiterpènes. C'est de cette façon, que MM. Baker et Smith ont mis en présence les sesquiterpènes dans l'huile. ()

7- Caractéristiques moyennes de l'huile essentielle d'Eucalyptus Globulus :

Nous avons déterminé les propriétés physiques moyennes de l'huile, obtenue durant toutes les expériences faites, pour pouvoir les comparer aux valeurs données par la théorie

Tableau N 33 : Caractéristiques moyennes de l'huile d'Eucalyptus Globulus.

	valeurs expérimentales	valeurs théorique
densité à 5 C	0,929	0,910-0,930
Indice de réfraction à 20 C	1,4673	1,457-1,469
pouvoir rotatoire à 15° C	+0,472°	0 -(+15°)
pourcentage en cinéol	72,215	70-80
rendement en huile %		
-feuilles fraîches	0,78	0,71
-feuilles sèches	1,78	1,6-3

D'après le tableau 33, nous remarquons que les valeurs expérimentales se trouvent dans le domaine donné par la théorie

CONCLUSION GENERALE

Dans le but d'une évaluation de la qualité de l'huile essentielle d'Eucalyptus Globulus , poussant en Algérie , et ce en vue de sa valorisation à des fins pharmaceutiques . L'extraction et l'analyse quantitative et qualitative de cette essence ont été réalisées au laboratoire .

L'analyse chromatographique a permis d'identifier 9 composés sur les 25 décelés , en se basant sur les temps de rétention des étalons .

D'après les expériences et les analyses effectuées , nous avons pu vérifier , que l'huile d'Eucalyptus Globulus peut être extraite par distillation à la vapeur d'eau à partir des différentes parties de la plante (feuilles , tiges et bourgeons) mais le rendement en huile est plus important dans le cas des feuilles (0,76%) , ainsi que la composition de l'huile des feuilles est riche en cinéol (52,92%).

Les propriétés physiques de cette huile (densité à 15°c = 0,97 , indice de réfraction à 20°c = 1,4635 , le pouvoir rotatoire à 15°c = 0,09) , ainsi que le rendement en huile se situent dans l'intervalle donné par la théorie () .

Il faut noter que ces caractéristiques varient suivant le lieu d'origine , l'état initial et le temps de séchage des feuilles .

D'après les expériences faites suivant le lieu d'origine , nous avons remarqué, que les proportions des constituants ainsi que le rendement en huile varient dans des limites considérables d'une plantation à l'autre .

En ce qui concerne les expériences faites suivant l'état initial et le temps de séchage , nous avons noté que les conditions de séchage influent beaucoup sur le rendement en huile et sur le pourcentage en cinéol , ainsi que la durée de séchage , par contre l'état initial n'influe pas sur le rendement et la composition de l'huile (feuilles coupées , striées) .

En conséquence , la matière végétale doit être stocker dans un endroit, où le séchage n'est pas brusque , pour éviter l'évaporation des constituants volatils , et elle doit subir , avant son utilisation , un traitement par morcellement , puisque le meilleur rendement en huile est obtenu dans le cas des feuilles coupées en petits morceaux , séchées dans un dessiccateur (1,78%) et que ce rendement augmente avec le temps de séchage ainsi que

le pourcentage en cinéol .

En étudiant l'influence du temps de distillation , nous avons constaté que les produits les plus volatils et ceux qui se trouvent en grande quantité (cinéol) qui distillent les premiers, donc le pourcentage en cinéol diminue au cours de la distillation en fonction du volume de distillat . Du point de vue rendement en huile , nous avons remarqué , qu'au début, le volume d'huile augmente avec le volume de distillat jusqu'à un maximum et puis il diminue doucement jusqu'à ce qu'il s'annule .

D'après toutes ces constatations , nous pouvons conclure que le facteur le plus intéressant est le séchage , puisque nous avons obtenu le meilleur rendement pour des feuilles séchées, pendant 42 jours (4,78 %) . Ce résultat est confirmé par la théorie (M Cloëz a conservé des feuilles depuis 5ans , le rendement obtenu est un peu plus de 5 % d'huile) () . Il faut noter que le pourcentage en cinéol augmente aussi avec le temps de séchage .

Nous souhaitons donc , que ce travail puisse contribuer au développement de l'extraction et de l'analyse des huiles essentielles par chromatographie en phase gazeuse .

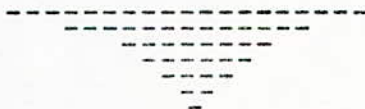


PERSPECTIVE D'AVENIR

Dans le but d'atteindre un rendement en huile meilleur et un grand pourcentage en cinéol dans l'avenir , nous proposons de s'intéresser au phénomène du séchage (laisser sécher longtemps que possible) .

Pour mener à bien l'analyse chromatographique en phase gazeuse, il faut utiliser des colonnes capillaires (par exemple OV 225), qui peuvent détecter près de 40 composés pour l'huile essentielle d'Eucalyptus Globulus en programmation de température () .

Toutefois , il faut noter que l'identification de tous les composés de l'huile n'est pas possible vu le manque d'étnd, donc il faut penser à introduire d'autres méthodes d'analyses , par exemple : la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse .



Annexe

Nous donnons dans cette annexe , les chromatogrammes
des ETALONS que nous possédons :

- L'ESTER METHYLIQUE (figure 1)
- α PINENE (figure 2)
- CAMPHENE (figure 3)
- β PINENE (figure 4)
- α PHELANDRENE (figure 5)
- CINEOL (figure 6)
- P α CYMENE (figure 7)
- L'ESTER METHYLIQUE DE L'ACIDE CAPROIQUE (figure 8)
- α TERPINEOL (figure 9)
- LIMONENE (figure 10)
- L'ESTER METHYLIQUE DE L'ACIDE CAPRYLIQUE (figure 11)
- CAMPHRE (figure 12)
- L'ESTER METHYLIQUE DE L'ACIDE CAPRIQUE (figure 13)
- ALDEHYDE DE C₁₀ (figure 14)
- δ PHELANDRENE (figure 15)
- L'HUILE + PINENE (figure 16)
- L'HUILE + TERPINEOL (figure 17)

.../...

PT ÉVAL:
PT= 138.
AT= 64
CS= 0.5
AT= 1024

CHROMATOGRAMME DE L'ETHANOL

CHANNEL A INJECT 24/11/86 02:35:19



INPUT OVERRANGE AT RT= 0.96

24/11/86 02:35:19 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 8 INDEX 8

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.038	0.36	3662 02
2	99.962	0.93	9542199 03
TOTAL	100.		9545861

FIG: 1

PT EVAL:
PT= 412.
AT= 1024
CS= 0.5

CHROMATOGRAMME DU α -PINENE

CHANNEL A INJECT 11/11/86 14:46:50



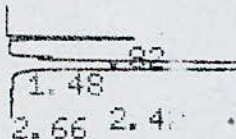
FIG: 2

INPUT OVERRANGE AT RT= 1.29

PT EVAL:
PT= 148.
RT= 1024
CS= 0.5

CHROMATOGRAMME DU CAMPHENE

CHANNEL A INJECT 01/12/86 03:27:07



INPUT OVERRANGE AT RT= 1.56

01/12/86 03:27:07 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 42 INDEX 12

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	2.557	0.82	495194	02
2	97.158	1.40	18107096	02
3	0.17	2.40	31613	02
4	0.015	2.66	2867	03

FIG: 3

TOTAL 100. 18636770

PT EVAL:
PT= 56.
RT= 1024
CS= 0.5

CHROMATOGRAMME DU β -PINENE

CHANNEL A INJECT 17/11/86 03:32:10



INPUT OVERRANGE AT RT= 1.68

17/11/86 03:32:10 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 6 INDEX 6

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	9.779	1.64	2518180	02
2	66.953	1.64	17240615	02
3	23.089	2.28	5945597	02
4	0.037	2.89	9588	02
5	0.141	3.4	36325	03

FIG: 4

TOTAL 100. 25750305

PT EVAL:
PT= 145.
AT= 1024
CS= 0.5

CHROMATOGRAMME DU α -PHELANDRENE

CHANNEL A INJECT 01/12/86 04:06:31



INPUT OVERRANGE AT RT= 1.83

01/12/86 04:06:31

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 15 INDEX 15

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.007	0.7	1102 02
2	0.006	0.82	1019 02
3	0.024	0.93	3986 02
4	0.03	0.98	4974 02
5	0.018	1.15	3043 02
6	0.537	1.32	89825 02
7	0.38	1.46	63606 02
8	98.664	1.82	16498153 08
9	0.334	2.05	55913 05

FIG. 5

TOTAL 100. 16721621

PT EVAL:
PT= 386.
AT= 1024
CS= 0.5

CHROMATOGRAMME DU CINEOL

CHANNEL A INJECT 11/11/86 14:37:18



INPUT OVERRANGE AT RT= 2.21

11/11/86 14:37:18

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 5 INDEX 5

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.062	0.83	13796 01
2	0.421	1.25	94075 08
3	0.03	1.61	6685 05
4	99.487	2.19	22228266 01

FIG. 6

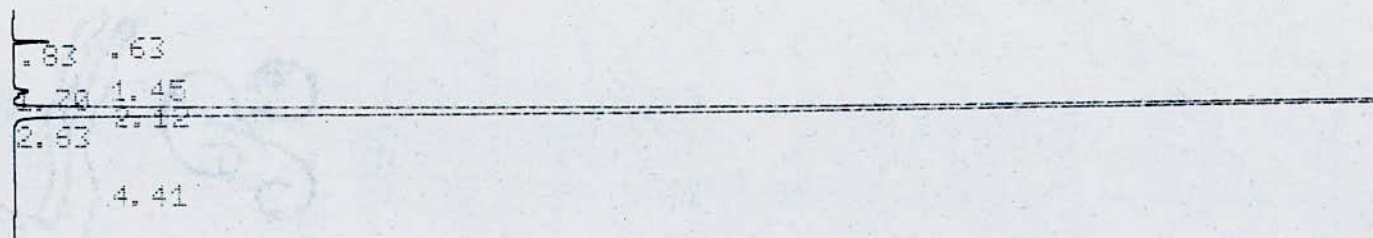
TOTAL 100. 22342822

PT EVAL:
PT= 358.
AT= 1024

CHROMATOGRAMME DU P-CYMENE

P. cyrene

CHANNEL A INJECT 01/12/86 02:35:13



INPUT OVERRANGE AT RT= 2.7

01/12/86 02:35:13

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 8 INDEX 8

PEAK# AREA% RT AREA BC

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.038	0.63	7809	02
2	0.702	0.83	143581	03
3	0.068	1.45	13893	02
4	0.096	1.7	19648	02
5	1.038	2.12	212431	02
6	98.045	2.63	20065744	03
7	0.013	4.41	2652	01

TOTAL 100. 20465758

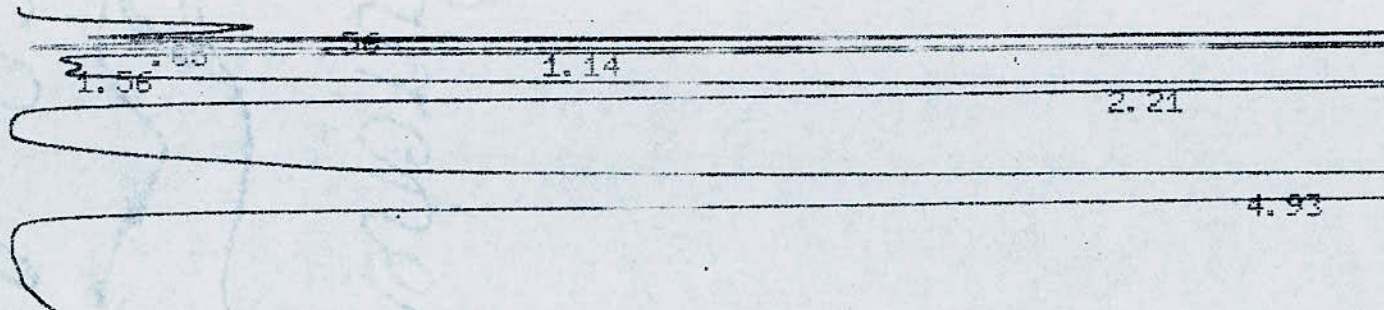
075

FIG. 1

PT EVAL:
PT= 326.
RT= 64
CS= 0.5

CHROMATOGRAMME DE L'ESTER METHYLIQUE DE L'ACIDE CAPROIQUE

CHANNEL A INJECT 09/11/86 00:11:50



09/11/86 00:11:50

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 2 INDEX 2

PEAK# AREA% RT AREA BC

1	1.743	0.56	398533	02
2	2.601	0.85	594594	02
3	16.877	1.14	3858562	02
4	0.5	1.56	114271	02
5	14.099	2.21	3223508	03
6	64.18	4.93	14673185	01

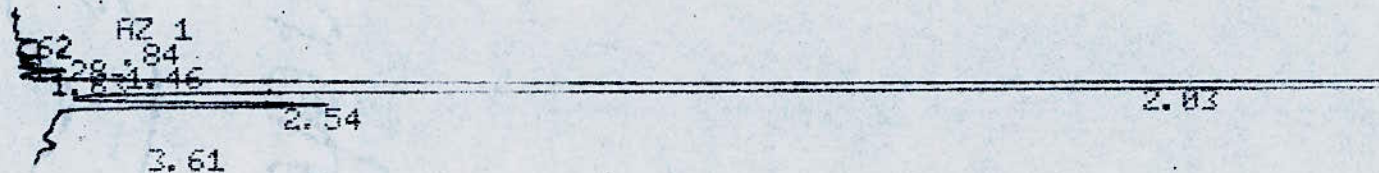
TOTAL 100. 22862653

FIG 8

PT EVAL:
RT= 198.
AT= 64
CS= 0.5

CHROMATOGRAMME DU LIMONENE

CHANNEL A INJECT 09/11/86 00:52:07



09/11/86 00:52:07 CH= "A" PS= 1.

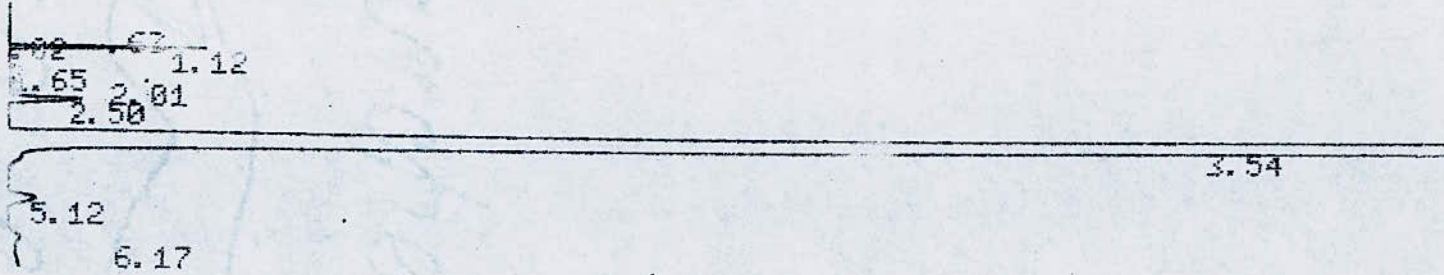
FILE	1.	METHOD	0.	RUN	2	INDEX	2
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC			
1	0.015	0.62	1243	01			
2	0.082	0.84	6609	01			
3	0.124	1.28	10073	02			
4	0.088	1.46	7121	02			
5	0.286	1.63	23163	02			
6	97.049	2.03	7852858	08			
7	2.169	2.54	175480	05			
8	0.187	3.61	15132	01			
TOTAL	100.		8891679				

FIG 10

PT EVAL:
PT= 467.
AT= 64
CS= 0.5

CHROMATOGRAMME DE L'ESTER METHYLIQUE DE L'ACIDE CAPRYLIQUE

CHANNEL A INJECT 09/11/86 00:40:35



09/11/86 00:40:35 CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	1	INDEX	1
PEAK#		AREA%		RT		AREA	BC
1		0.015		0.63		2189	01
2		0.015		0.82		2227	01
3		0.5		1.12		71848	01
4		0.124		1.65		17757	01
5		0.066		2.01		9437	01
6		0.437		2.5		62745	01
7		98.502		3.54	14158142	01	
8		0.251		5.12		36103	01
9		0.09		6.17		12920	01
TOTAL		100.				14373368	

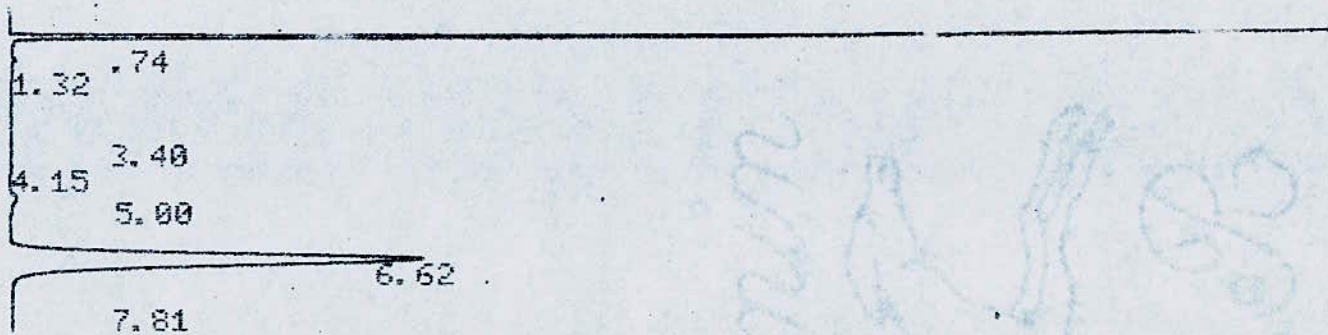
FIG. 11

032

PT EVAL:
 PT= 281.
 RT= 64
 CS= 0.5
 AT= 1024
 CS= 0.5##

CHROMATOGRAMME DU CAMPHRE

CHANNEL A INJECT 11/11/6 13:35:59



11/11/6 13:35:59 CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	1	INDEX	1
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC			
1	31.288	0.74	6027630	02			
2	0.476	1.32	91754	03			
3	0.025	3.4	4895	01			
4	0.096	4.15	16483	01			
5	0.809	5.	155824	01			
6	67.077	6.62	12922434	02			
7	0.229	7.81	44060	03			
TOTAL	100.		19265000				

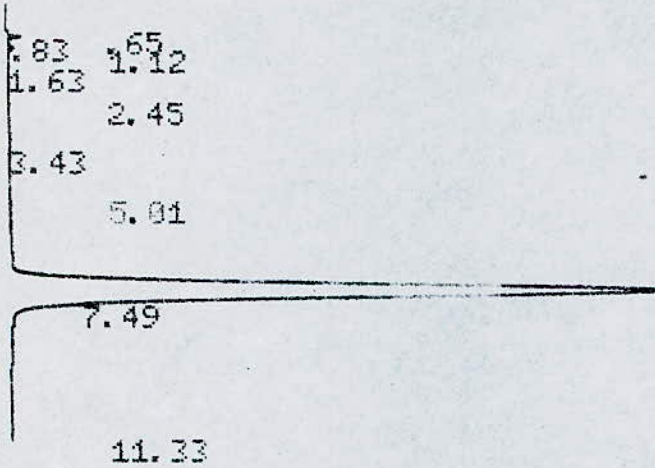
FIG. 12

074

RT EVAL:
PT= 276.
AT= 1024
CS= 0.5

CHROMATOGRAMME DE L'ESTER METHYLIQUE DE L'ACIDE CAPRIQUE

CHANNEL A INJECT 11/11/6 15:40:45



11/11/6 15:40:45 CH= "R" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 10 INDEX 10

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.022	0.65	4991	02
2	0.281	0.83	64910	03
3	0.188	1.12	43357	01
4	0.039	1.63	9067	01
5	0.037	2.45	8555	01
6	0.202	3.43	46669	01
7	0.069	5.01	15901	01
8	99.154	7.49	22907092	01
9	0.009	11.33	2015	01

FIG. 13

TOTAL 100 23102557

PT EVAL:
PT= 440.

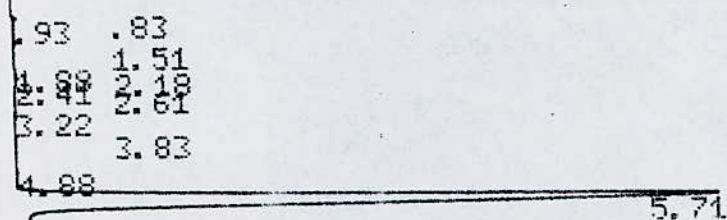
CHROMATOGRAMME DE L'ALDEHYDE C.10

AT= 124

.A FAULT 6: AT 2190 Aldehyde C₁₀
AT= <1024

.A FAULT 6: AT 2190
AT= 1024
CS= 0.5

CHANNEL A INJECT 01/12/86 03:35:22



01/12/86 03:35:22

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 13 INDEX 13

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.018	0.83	2824	02
2	0.114	0.93	17790	03
3	0.159	1.51	24753	02
4	0.202	1.88	31506	02
5	0.196	2.18	30622	02
6	0.133	2.41	20719	02
7	0.107	2.61	16733	02
8	0.038	3.22	5966	03
9	0.02	3.83	3064	01
10	0.176	4.88	27436	01
11	98.837	5.71	15417589	03
TOTAL	100.		15599002	

FIG. 14

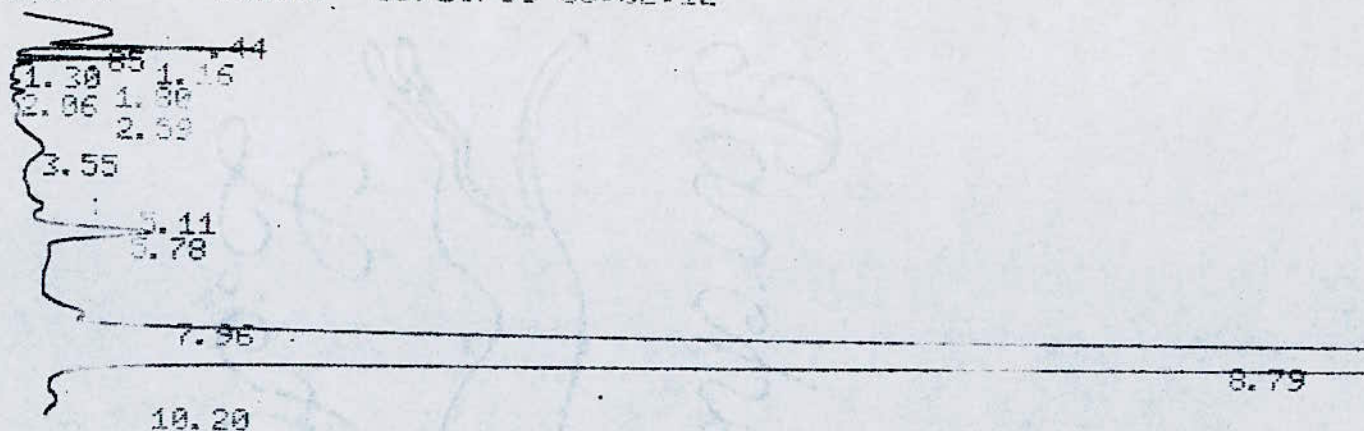
PT EVAL:
PT= 201.

CHROMATOGRAMME DU γ -PHELANDRENE

AT= 64
CS= 0.5

CHANNEL A INJECT 09/10/86 00:02:12

035



09/10/86 00:02:12 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 1 INDEX 1

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	1.181	0.44	244549	02
2	0.362	0.85	75029	02
3	0.182	1.16	37741	02
4	0.038	1.3	7876	03
5	0.02	1.8	4072	01
6	0.036	2.06	7473	01
7	0.045	2.59	9221	02
8	0.455	3.55	94126	02
9	0.113	5.11	23305	02
10	0.854	5.78	176793	03
11	0.41	7.96	84920	02
12	96.201	8.79	19921658	08
13	0.104	10.2	21586	05

TOTAL 100. 20708349

FIG. 15

996 974 1041 1028 1017 1011 1005 1002
 PT EVAL:
 PT= 36.
 RT= 64
 CS= 0.5

chromatogramme de l'huile Mus B Pinène

CHANNEL A INJECT 16/11/86 04:44:36

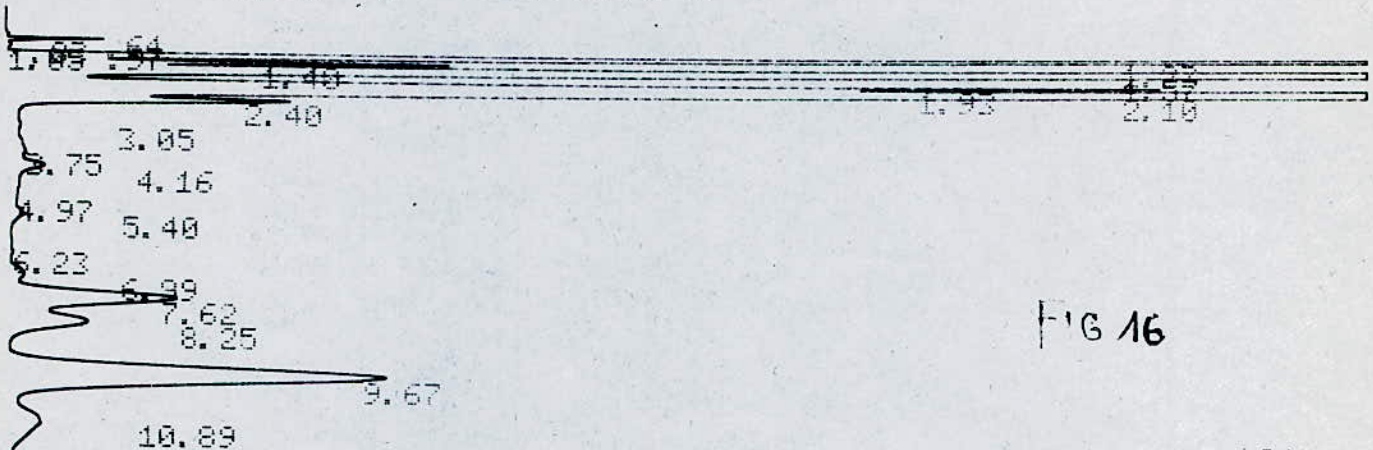


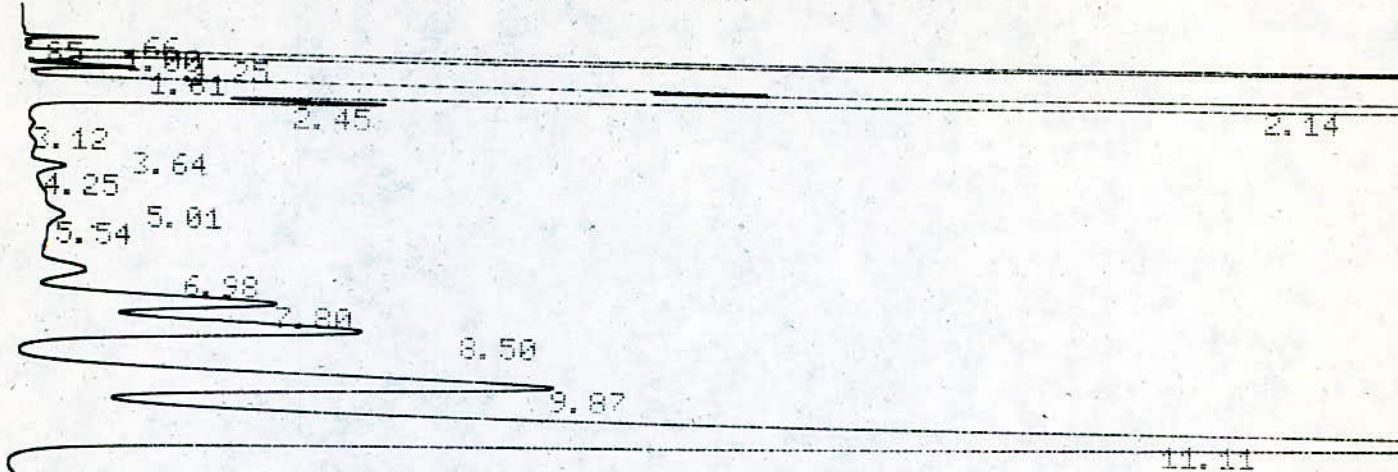
FIG 16

16/11/86

FILE	METHOD	RT	AREA	BC
1.	0.	13		
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.002	0.54	400	02
2	0.103	0.83	25210	02
3	0.007	0.97	1642	02
4	0.	1.05	119	02
5	0.267	1.23	2029510	02
6	0.721	1.4	177076	02
7	49.276	1.57	12096737	08
8	2.054	1.93	504189	06
9	29.961	2.1	7355023	06
10	0.759	2.4	186241	07
11	0.016	3.05	3843	02
12	0.071	3.75	17422	02
13	0.133	4.16	32559	03
14	0.005	4.97	1125	01
15	0.06	5.4	14813	01
16	0.023	6.23	5588	02
17	0.113	6.99	27673	02
18	1.49	7.62	365692	02
19	0.749	8.25	183944	02
20	4.121	9.67	1011599	02
21	0.578	10.89	141906	02
22	0.284	12.61	69833	02
23	0.05	13.57	12390	03
24	0.636	16.04	156207	02
25	0.092	18.41	22579	08
26	0.017	20.65	4283	06
27	0.412	22.82	101229	03
TOTAL	100.		24548832	

PT EVAL:
 PT= 156.
 AT= 64
 CS= 0.5

CHANNEL A INJECT 24/11/86 01:05:50



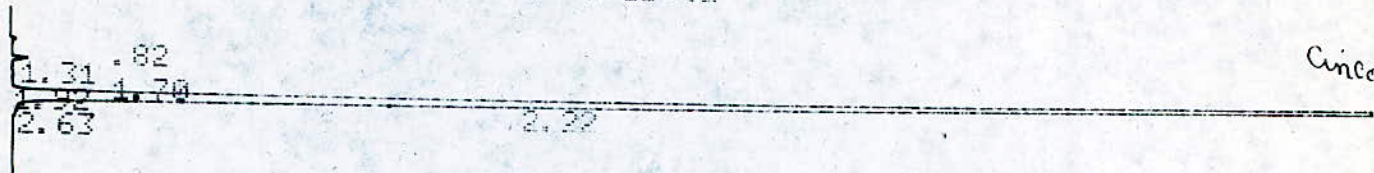
RETENTION TIME	FILE	METHOD	RT	AREA	BC
12.90	1.	0.			
16.33					
18.66					
23.27					
	PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
	1	0.003	0.66	738	02
	2	0.094	0.85	20968	02
	3	0.012	1.	2755	02
	4	6.204	1.25	1384144	02
	5	0.269	1.61	60081	02
	6	50.431	2.14	11251709	02
	7	1.261	2.45	281355	03
	8	0.02	3.12	4450	01
	9	0.033	3.64	7429	02
	10	0.179	4.25	40001	02
	11	0.085	5.01	18948	02
	12	0.202	5.54	44992	03
	13	0.43	6.98	95909	02
	14	2.424	7.8	540849	02
	15	3.779	8.5	843145	02
	16	6.894	9.87	1538066	02
	17	25.09	11.11	5597767	03
	18	0.388	12.9	86475	01
	19	1.434	16.33	319901	02
	20	0.314	18.66	70056	03
	21	0.454	23.27	101390	03
	TOTAL	100.		22311128	

FIG^o 17 Chromatogramme de l'huile plus le α terpinéol.

935 962 996 1004
 PT EVAL:
 PT= 1517.
 PT EVAL:
 PT= 376.
 AT= 1024
 CS= 0.5

Chromatogramme de l'Etalon. Cineol

CHANNEL A INJECT 01/12/85 01:12:52



Cineol

INPUT OVERRANGE AT RT= 2.31

01/12/85 01:12:52 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 3 INDEX 3

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.099	0.82	19798	01
2	0.447	1.31	89000	01
3	0.049	1.7	9789	01
4	0.021	1.92	4181	02
5	99.079	2.22	19737417	02
6	0.305	2.63	60703	03

FIG 6'

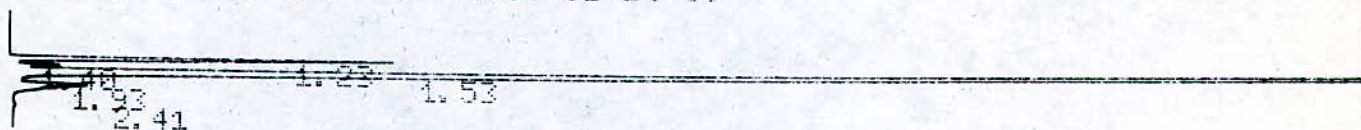
TOTAL 100. 19920888

PT EVAL:
 PT= 279.
 AT= 1024*0.5

Chromatogramme de l'Etalon Camphène.

CHANNEL A INJECT 16/11/86 02:25:55

Cam



INPUT OVERRANGE AT RT= 1.61

16/11/86 02:25:55 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 7 INDEX 7

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	11.117	1.23	2160711	02
2	1.688	1.4	312521	02
3	82.107	1.53	15958976	02
4	4.967	1.93	965491	08
5	0.202	2.41	39199	05

FIG 3'

TOTAL 100. 19436898

PT= 39.
AT= 102

.A FAULT 6: AT 2190
CS= 0.5
AT= 1024
CS= 0.5

Chromatogramme de L'etapom α terpinéol

CHANNEL A INJECT 16/11/86 03:50:04

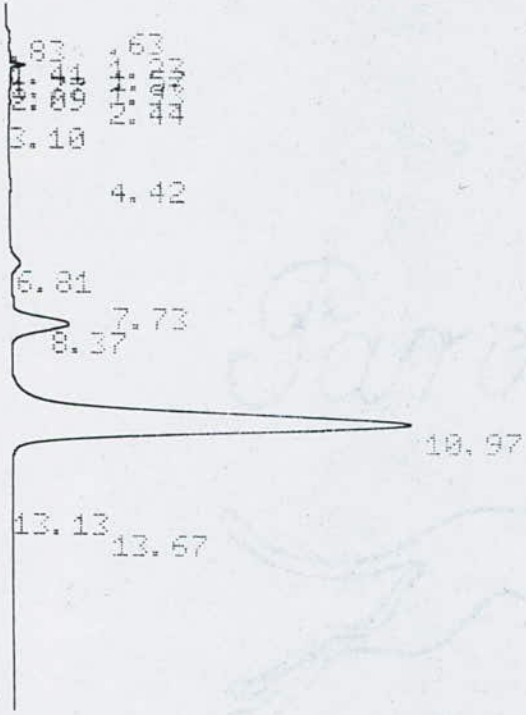
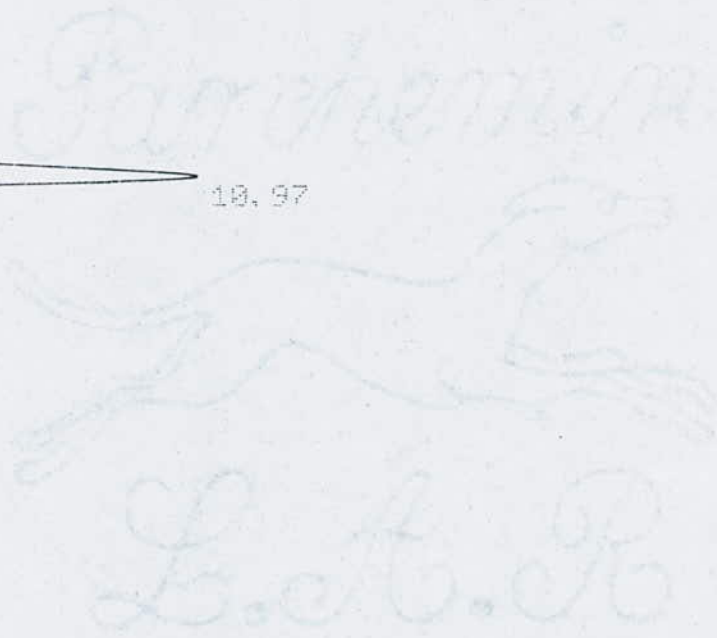


FIG 9'



718 728 748 758 964 1002 1030 993 1008 993 992 1001

PT EVAL:
 PT= 645.
 PT EVAL:
 PT= 643.
 PT EVAL:
 PT= 174.
 AT= 1024
 CS= 0.5

Chromatogramme de l'Etalon Limonène

CHANNEL A INJECT 16/11/86 02:33:45

Limonene



FIG 10 /

INPUT OVERRANGE AT RT= 2.01

16/11/86 02:33:45 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 8 INDEX 8

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.188	0.85	35460	01
2	0.064	1.26	12032	02
3	0.015	1.43	2820	02
4	0.955	1.6	179965	02
5	98.65	2.	18598290	02
6	0.129	2.42	24255	03

TOTAL 100. 18852822

PT EVAL:
 *PT= 376.
 AT= 1024
 CS= 0.5

Chromatogramme de l'etapom & Phelamdrene

CHANNEL A INJECT 11/11/6 15:12:50

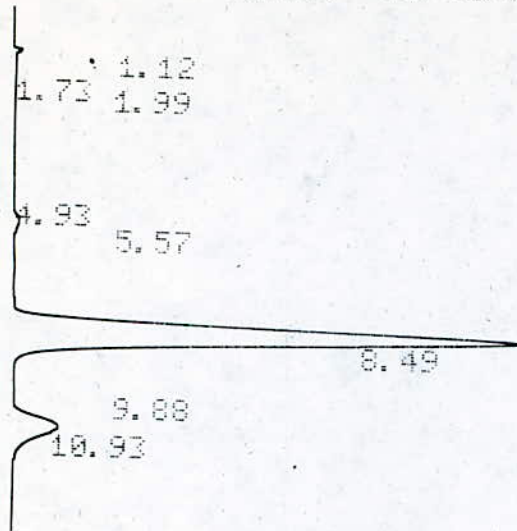


FIG 15'

11/11/6 15:12:50 CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	8	INDEX	8
PEAK#		AREA%		RT		AREA	BC
1		0.196		1.12		45999	01
2		0.015		1.73		3434	02
3		0.017		1.99		3904	03
4		0.061		4.93		14372	04
5		0.762		5.57		179445	05
6		88.657		8.49	20851309	06	
7		0.09		9.88		21174	06
8		10.202		10.93		2399445	07
TOTAL		100.				27519002	

°°° BIBLIOGRAPHIE °°°

- 1- H. TATU : L'industrie moderne des parfums
Edition : Librairie J.B Bailliere et Fils
(1932)
- 2- F. HOFFMANN : Les huiles essentielles
Tome I
Edition : Paris J.B Bailliere et Fils
(1912)
- 3- F. HOFFMANN : Les huiles essentielles
Tome II
Edition : Paris J.B Bailliere et Fils
(1914)
- 4- I.I. SIDOROV : Technologia naturalnyh efiryh masel
Edition : LPP - M OSKVA (1984)
- 5- P. FOURNIER : Le livre des plantes medicinales
et veneneuses
Tome II
Edition : Paul Lechevalier (1948)
- 6- P. FOURNIER : Matieres premieres usuelles du
regne vegetal
Tome II: Therapeutique-Hygiene-Industrie
Edition : Masson et Cie (1944)
- 7- A. METRO : L'ecologie des Eucalyptus
son application au Maroc
Memoires de la societe des sciences
naturelles du Maroc (1949)
- 8- KREMH : Precis de botanique medicale
Edition : Paris; Masson et Cie (1898)

.../...

- 9- E. GUENTHER : Essentiel oils
Tome I et IV
Edition : R.E.KRIEGER (1972)
- 10- M. VAN WINKLE : Distillation
Edition : Mc Graw-Hill (1967)
- 11- M. SERWINSKI : Zasady Inzynierii chemicznej
Edition : W.N.T Varsovie (1971)
- 12- D.R. BROWNING : Chromatographie
Edition : Masson et Cie (1971)
- 13- J. BUZON , N. GUICHARD , J. LEBBE
: Manuel pratique de chromatographie en
phase gazeuse
Edition : Masson et Cie (1968)
- 14- A. BATHELLY : Chromatographie et ses applications
Edition : DUNOD Paris (1972)
- 15- T. BASSIRI : Introduction à l'étude des parfums
Edition : Masson et Cie
- 16- F. HOFFMANN : Les huiles essentielles
Tome III 2^{ème} édition
Edition : PARIS Schilmmelit et Cie (1919)
- 17- M. H. BOELENS : Essential oils and Aromas chemicals from
Eucalyptus Globulus Labill - volume 9 -
Edition : 1984/1985



